

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-035712

(43)Date of publication of application : 09.02.2001

(51)Int.Cl.

H01F 1/053

B22F 1/00

B22F 9/08

H01F 1/06

H01F 1/08

(21)Application number : 11-207910

(71)Applicant : SEIKO EPSON CORP

(22)Date of filing : 22.07.1999

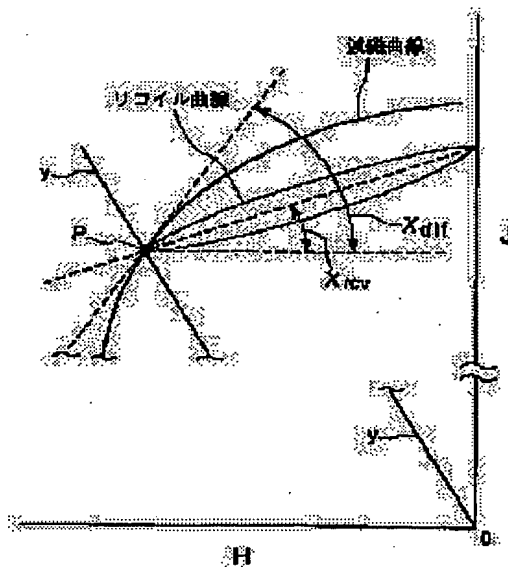
(72)Inventor : ARAI SEI
KATO HIROSHI

(54) MAGNET POWDER AND ISOTROPICALLY BONDED MAGNET

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a magnet, which has high magnetic flux density and superior magnetizability and has high reliability, particular heat resistance (thermal stability).

SOLUTION: Magnet powder is composed of an alloy composition expressed by $R_x(Fe_{1-y}Co_y)_{100-x-z-w}BzAlw$ (where R, x, and y respectively represent at least one kind of rare-earth element, 8.1-9.4 at.%, and 0-0.30 at.% and z and w respectively represent 4.6-6.8 at.% and 0.02-1.5 at.%) and has a nanocomposite texture, in which soft magnetic phases and hard magnetic phases coexist adjacently. When an isotropically bonded magnet is manufactured by molding a mixture of the magnet powder and a binder resin, the irreversible magnetic susceptibility ($\chi_{irr} = \chi_{dif} - \chi_{rev}$) of the magnet measured starting from an intersection P of the demagnetization curve shown in the J-H graph which shows the magnetic characteristic of the magnet at room temperature with the straight line (y), passing through the origin of the graph and having a slope (J/H) of -3.8×10^{-6} henry/m becomes 5.0×10^{-7} henry/m or smaller and moreover the characteristic coercive force (HcJ) of the magnet at room temperature becomes 406-717 kA/m.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

10.08.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3275882

[Date of registration] 08.02.2002

[Number of appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.**** shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] $R_x(Fe_{1-y}Co_y)_{100-x-z-w}BzAlw$ however, R -- at least one sort of rare earth elements, and $x:8.1$ to 9.4 atom % -- It consists of an alloy presentation expressed with $y:0$ to 0.30 , $z:4.6$ to 6.8 atom %, and $w:0.02$ - 1.5 atom %. And when the configuration organization is the magnet powder with which the soft magnetism phase and the hard magnetism phase serve as an organization which adjoins each other and exists, mixes with joint resin, fabricates and considers as an isotropic bond magnet In the demagnetization curve in the J-H Fig. showing the magnetic properties in a room temperature the zero in said J-H Fig. A passage, And the irreversible susceptibility (χ_{irr}) at the time of measuring an intersection with the straight line whose inclination (J/H) is $-3.8 \times 10^{-6} H/m$ as a starting point is $5.0 \times 10^{-7} H/m$ or less. Furthermore, magnet powder characterized by the proper coercive force (H_cJ) in a room temperature being 406 - 717 kA/m.

[Claim 2] Said magnet powder is magnet powder according to claim 1 with which the configuration organization is the nano composite organization where a soft magnetism phase and a hard magnetism phase adjoin each other and exist.

[Claim 3] Said R is magnet powder according to claim 1 or 2 which is the rare earth elements which are mainly concerned with Nd and/or Pr.

[Claim 4] For said R, the rate is the magnet powder according to claim 1 to 3 it is [powder] 5 - 75% to said whole R including Pr.

[Claim 5] For said R, the rate is the magnet powder according to claim 1 to 4 it is [powder] 14% or less to said whole R including Dy.

[Claim 6] Magnet powder is magnet powder according to claim 1 to 5 obtained by quenching a melting alloy.

[Claim 7] Magnet powder is magnet powder according to claim 1 to 6 which grinds the quenching thin band manufactured using the cooling roller, and is obtained.

[Claim 8] Magnet powder is magnet powder according to claim 1 to 7 with which heat treatment is performed once [at least] the manufacture process or after manufacture.

[Claim 9] Magnet powder according to claim 1 to 8 whose mean particle diameter is 0.5 - 150 micrometers.

[Claim 10] The isotropic bond magnet characterized by coming to join magnet powder according to claim 1 to 9 together by joint resin.

[Claim 11] In the demagnetization curve in the J-H Fig. which is the isotropic bond magnet which comes

to join the magnet powder containing aluminum together by joint resin, and expresses the magnetic properties in a room temperature The irreversible susceptibility (χ_{irr}) at the time of measuring an intersection with the straight line a passage and whose inclination (J/H) are $-3.8 \times 10^{-6} \text{ H/m}$ about the zero in said J-H Fig. as a starting point is $5.0 \times 10^{-7} \text{ H/m}$ or less. Furthermore, the isotropic bond magnet characterized by the proper coercive force (H_cJ) in a room temperature being 406 - 717 kA/m.

[Claim 12] Said magnet powder is an isotropic bond magnet according to claim 11 which is what consists of a R-TM-B-aluminum system alloy (however, transition metals which R makes iron as at least one sort of rare earth elements, and TM makes main).

[Claim 13] Said magnet powder is an isotropic bond magnet containing at least one sort of elements chosen from the group which consists of Cu, Si, Ga, Ti, V, Ta, Zr, Nb, Mo, Hf, Ag, Zn, P, germanium, and Cr according to claim 11 or 12.

[Claim 14] The isotropic bond magnet according to claim 13 whose content of said element is below 3 atom %.

[Claim 15] Said magnet powder is an isotropic bond magnet according to claim 11 to 14 which consists of nano composite organizations in which a soft magnetism phase and a hard magnetism phase adjoin each other and exist.

[Claim 16] The isotropic bond magnet according to claim 10 to 15 with which multi-electrode magnetization is presented or by which multi-electrode magnetization was carried out.

[Claim 17] The isotropic bond magnet according to claim 10 to 16 used for a motor.

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to magnet powder and an isotropic bond magnet.

[0002]

[Description of the Prior Art] In order to attain the miniaturization of a motor etc., it is desired for the flux density of the magnet at the time of being used for the motor (it sets to a substantial permeance) to be high. The factor which determines the flux density in a bond magnet has the value of magnetization of magnet powder, and the content (content) of the magnet powder in a bond magnet. Therefore, when magnetization of the magnet powder itself is not so high, unless it makes [many / extremely] the content

of the magnet powder in a bond magnet, sufficient flux density is not obtained.

[0003] By the way, as what is used as current and a highly efficient rare earth bond magnet, the isotropic bond magnet which used the MQP-B powder made from MQI occupies most as rare earth magnet powder. An isotropic bond magnet has the following advantages compared with an anisotropy bond magnet. That is, it is that a manufacture process is easy and a manufacturing cost becomes cheap as a result on the occasion of manufacture of a bond magnet since magnetic field orientation is unnecessary. However, there are the following troubles in the isotropic conventional bond magnet represented by this MQP-B powder.

[0004] 1) The isotropic conventional bond magnet of flux density was inadequate. That is, since magnetization of the magnet powder used is low, the content (content) of the magnet powder in a bond magnet must be raised, but if the content of magnet powder is made high, since the moldability of a bond magnet will worsen, there is a limitation. Moreover, even if it makes [many] the content of magnet powder by the device of a process condition etc., there is a limitation in the flux density obtained too, and, for this reason, the miniaturization of a motor cannot be attained.

[0005] 2) Since coercive force was high, magnetization nature was bad and the comparatively high magnetization magnetic field was required.

[0006] 3) Although the magnet with a high residual magnetic flux density was also reported by the nano composite magnet, in that case, coercive force was too small and the flux density (with permeance at the time of actually being used) practically obtained as a motor was very low conversely. Moreover, since coercive force is small, thermal stability is also inferior.

[0007] 4) The corrosion resistance of a bond magnet and thermal resistance become low. that is, in order to compensate the lowness of the magnetic properties of magnet powder, the content of the magnet powder in a bond magnet must be made [many] (that is, densification of the consistency of a bond magnet is carried out extremely -- *****), consequently corrosion resistance and thermal resistance are inferior in a bond magnet, and it becomes what has low dependability.

[0008]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] The purpose of this invention is to offer the magnet powder and the isotropic bond magnet which can offer the magnet which whose flux density was high, was excellent in magnetization nature, and was excellent in dependability, especially the temperature characteristic.

[0009]

[Means for Solving the Problem] Such a purpose is attained by this invention of following the (1) - (17).

[0010] (1) $R_x(Fe_{1-y}Co_y)_{100-x-z-w}BzAl_w$ however, R -- at least one sort of rare earth elements, and $x:8.1$ to 9.4 atom % -- It consists of an alloy presentation expressed with $y:0$ to 0.30 , $z:4.6$ to 6.8 atom %, and $w:0.02$ - 1.5 atom %. And when the configuration organization is the magnet powder with which the soft magnetism phase and the hard magnetism phase serve as an organization which adjoins each other and exists, mixes with joint resin, fabricates and considers as an isotropic bond magnet In the demagnetization curve in the J-H Fig. showing the magnetic properties in a room temperature the zero in said J-H Fig. A passage, And the irreversible susceptibility (χ_{irr}) at the time of measuring an intersection with the straight line whose inclination (J/H) is $-3.8 \times 10^{-6} H/m$ as a starting point is $5.0 \times 10^{-7} H/m$ or less. Furthermore, magnet powder characterized by the proper coercive force (H_cJ) in a room temperature being 406 - 717 kA/m.

[0011] (2) Said magnet powder is magnet powder given in the above (1) to which the configuration organization is the nano composite organization where a soft magnetism phase and a hard

magnetism phase adjoin each other and exist.

[0012] (3) Said R is magnet powder the above (1) which is the rare earth elements which are mainly concerned with Nd and/or Pr, or given in (2).

[0013] (4) For said R, the rate is the above (1) it is [above] 5 - 75% thru/or magnet powder given in either of (3) to said whole R including Pr.

[0014] (5) For said R, the rate is the above (1) it is [above] 14% or less thru/or magnet powder given in either of (4) to said whole R including Dy.

[0015] (6) Magnet powder is magnet powder the above (1) obtained by quenching a melting alloy thru/or given in either of (5).

[0016] (7) Magnet powder is magnet powder the above (1) which grinds the quenching thin band manufactured using the cooling roller, and is obtained thru/or given in either of (6).

[0017] (8) Magnet powder is the above (1) to which heat treatment is performed once [at least] the manufacture process or after manufacture thru/or magnet powder given in either of (7).

[0018] (9) The above (1) whose mean particle diameter is 0.5-150 micrometers thru/or magnet powder given in either of (8).

[0019] (10) The isotropic bond magnet characterized by coming to join the above (1) thru/or magnet powder given in either of (9) together by joint resin.

[0020] (11) In the demagnetization curve in the J-H Fig. which is the isotropic bond magnet which comes to join the magnet powder containing aluminum together by joint resin, and expresses the magnetic properties in a room temperature The irreversible susceptibility (χ_{irr}) at the time of measuring an intersection with the straight line a passage and whose inclination (J/H) are -3.8×10^{-6} H/m about the zero in said J-H Fig. as a starting point is 5.0×10^{-7} H/m or less. Furthermore, the isotropic bond magnet characterized by the proper coercive force (H_cJ) in a room temperature being 406 - 717 kA/m.

[0021] (12) Said magnet powder is an isotropic bond magnet given in the above (11) which is what consists of a R-TM-B-aluminum system alloy (however, transition metals which R makes iron as at least one sort of rare earth elements, and TM makes main).

[0022] (13) Said magnet powder is an isotropic bond magnet the above (11) containing at least one sort of elements chosen from the group which consists of Cu, Si, Ga, Ti, V, Ta, Zr, Nb, Mo, Hf, Ag, Zn, P, germanium, and Cr, or given in (12).

[0023] (14) An isotropic bond magnet given in the above (13) whose content of said element is below 3 atom %.

[0024] (15) Said magnet powder is an isotropic bond magnet the above (11) which consists of nano composite organizations in which a soft magnetism phase and a hard magnetism phase adjoin each other and exist thru/or given in either of (14).

[0025] (16) The above (10) with which multi-electrode magnetization is presented or by which multi-electrode magnetization was carried out thru/or an isotropic bond magnet given in either of (15).

[0026] (17) The above (10) used for a motor thru/or an isotropic bond magnet given in either of (16).

[0027]

[Embodiment of the Invention] Hereafter, the gestalt of operation of the magnet powder of this invention and the isotropic bond magnet using this is explained to a detail.

[0028] In order to attain the miniaturization of a [outline of this invention] motor etc., it has been a technical problem to obtain a magnet with high flux density. Although the factor which determines the

flux density in a bond magnet has the value of magnetization of magnet powder, and the content (content) of the magnet powder in a bond magnet, when magnetization of the magnet powder itself is not so high, unless it makes [many / extremely] the content of the magnet powder in a bond magnet, sufficient flux density is not obtained.

[0029] As the MQP-B powder made from the above-mentioned MQI which is carrying out current spread was mentioned above, while flux density is inadequate, it is therefore obliged to raise the content of the magnet powder in a bond magnet depending on an application, i.e., densification, on the occasion of manufacture of a bond magnet and dependability is missing in respect of corrosion resistance, thermal resistance, a mechanical strength, etc., since coercive force is high, magnetization nature has the fault of being bad.

[0030] On the other hand, the magnet powder and the isotropic bond magnet (isotropic rare earth bond magnet) of this invention Sufficient flux density and moderate coercive force are acquired, and it is not necessary to raise the content (content) of the magnet powder in a bond magnet so much by this. With consequently, high intensity A bond magnet with the high dependability excellent in a moldability, corrosion resistance, magnetization nature, etc. can be offered, and it can contribute also to the miniaturization of magnet loading devices, such as a motor, greatly by the miniaturization of a bond magnet, and high performance-ization.

[0031] Furthermore, the magnet powder of this invention shall constitute the nano composite organization where a hard magnetism phase and a soft magnetism phase adjoin each other and exist on several 10nm level.

[0032] Although it is the single phase organization of a hard magnetism phase, in such a nano composite organization, the MQP-B powder made from the above-mentioned MQI has the advantage that total magnetization becomes high since the high soft magnetism phase of magnetization exists, and since recoil permeability becomes high further, even if it once adds a reverse magnetic field, it has the advantage that a subsequent demagnetizing factor is small.

[0033] the magnet powder of [alloy presentation of magnet powder] this invention consists of an alloy presentation expressed with $R_x(Fe_{1-y}Co)_y(100-x-z-w)BzAlw$ (however, R -- at least one sort of rare earth elements, x:8.1 to 9.4 atom %, y:0 to 0.30, z:4.6 to 6.8 atom %, and w:0.02 to 1.5 atom %).

[0034] as R (rare earth elements), Y, La, Ce, Pr, Nd, Pm, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, and a misch metal mention -- having -- these -- one sort -- or two or more sorts can be included.

[0035] The content (content) of R is made into 8.1 to 9.4 atom %. Even if coercive force sufficient by under 8.1 atom % is not acquired but R adds aluminum, there is little improvement in coercive force. On the other hand, if R exceeds 9.4 atom %, since the potential of magnetization will fall, sufficient flux density is no longer obtained.

[0036] Here, as for R, it is desirable that they are the rare earth elements which are mainly concerned with Nd and/or Pr. The reason is effective [these rare earth elements] in order to raise the saturation magnetization of the hard magnetism phase which constitutes a nano composite organization and to realize coercive force good as a magnet.

[0037] Moreover, as for R, it is desirable that the percentage is 5 - 75% to the whole R including Pr, and it is more desirable that it is 10 - 60%. It is because coercive force and square shape nature can be raised, without producing most falls of a residual magnetic flux density as it is this range.

[0038] Moreover, as for R, it is desirable that the percentage is 14% or less to the whole R including Dy.

While being able to raise coercive force, without producing the fall of a residual magnetic flux density as it is this range, it is because heat-resistant large improvement is also attained.

[0039] Co is transition metals which have the same property as Fe. Although Curie temperature becomes high and the temperature characteristic improves by adding this Co (permuting a part of Fe), when the permutation ratio of Co to Fe exceeds 0.30, coercive force and the inclination to fall with flux density are shown. In 0.05-0.20, since not only the improvement in the temperature characteristic but the flux density itself improves, the permutation ratio of Co to Fe is still more desirable. Furthermore, a part of Fe or Co may be permuted by nickel.

[0040] B (boron) is an element important for acquiring high magnetic properties, and the content is made into 4.6 to 6.8 atom %. Square shape nature worsens that B is less than 4.6%. On the other hand, if B exceeds 6.8%, a nonmagnetic phase will increase and flux density will decrease rapidly.

[0041] aluminum is an advantageous element for the improvement in coercive force, and the effectiveness of the improvement in coercive force shows up notably in the range of 0.02 - 1.5 atom %. And in this range, it follows in footsteps of improvement in coercive force, and square shape nature and a magnetic energy product also improve. Furthermore, it becomes good also about corrosion resistance. However, as mentioned above, such effectiveness by aluminum addition has R very small at under 8.1 atom %. Moreover, if aluminum exceeds 1.5 atom %, the fall of magnetization will become remarkable, it will become difficult to obtain high flux density, and coercive force will also decline.

[0042] 0.02-1.5 atom % And another important effectiveness by containing is that can make small irreversible susceptibility (χ_{irr}) mentioned later, can improve an irreversible demagnetizing factor further, and magnetic thermal resistance (thermal stability) improves about aluminum. aluminum has little such effectiveness and the effectiveness of the improvement in coercive force mentioned above also has it under at 0.02 atom %. [little]

[0043] Although aluminum itself is not the new matter, in addition, in this invention In the magnet powder which has a nano composite organization as a result of repeating an experiment and research ** By making aluminum contain in the range of 0.02 - 1.5 atom % The outstanding square shape nature, Irreversible susceptibility (χ_{irr}) which can aim at improvement in coercive force, securing the maximum magnetic energy product and of which ** after-mentioned is done can be made small. ** ** which can aim at the improvement (reduction of an absolute value) of an irreversible demagnetizing factor -- find out that four effectiveness that good corrosion resistance can be held is acquired, especially that such effectiveness is acquired by coincidence, and the meaning of this invention is in this point.

[0044] Thus, in this invention, it is an opposite effect rather to add the amount which finds out the description for aluminum to carry out [a minute amount or] little content, and exceeds 1.5 atom %, and this invention is not just going to mean.

[0045] In addition, although the range where aluminum content is desirable is 0.02 to 1.5 atom % as mentioned above, as for the upper limit of this range, it is more desirable that it is 1.2 atoms %, and it is still more desirable that it is 0.8 atoms %.

[0046] Moreover, in the alloy which constitutes magnet powder from a purpose of raising magnetic properties further, at least one sort of elements chosen from the group (this group is expressed with "Q" below) which consists of Cu, Si, Ga, Ti, V, Ta, Zr, Nb, Mo, Hf, Ag, Zn, P, germanium, and Cr can also be contained if needed. When it contains the element belonging to Q, it is desirable that it is below 3 atom %, as for the content, it is more desirable that it is 0.2 to 3 atom %, and it is still more desirable that it is 0.5

to 2 atom %.

[0047] Content of the element belonging to Q demonstrates the effectiveness of the proper according to the class. For example, Cu, Si, Ga, V, Ta, Zr, Cr, and Nb are effective in raising corrosion resistance. Among these, especially content of Si also does so the effectiveness of the aforementioned **, **, and ** besides the corrosion-resistant improvement effectiveness.

[0048] The [nano composite organization] nano composite organization exists by the pattern (model) as the software magnetism phase 10 and the hard magnetism phase 11 show to drawing 1 , drawing 2 , or drawing 3 , and the thickness and particle size of each phase exist on nano meter level (for example, 1-100nm). And the software magnetism phase 10 and the hard magnetism phase 11 adjoin each other, and a magnetic exchange interaction is produced.

[0049] Since magnetization of a software magnetism phase changes the sense easily according to an operation of an external magnetic field, if usually intermingled in a hard magnetism phase, the magnetization curve of the whole system will turn into a "snake die-bending line" which has a stage by the second **** of a J-H Fig. However, when the size of a software magnetism phase is sufficiently as small as several 10nm or less, magnetization of the software magnetic substance is restrained sufficiently strongly by association with magnetization of the surrounding hard magnetic substance, and the whole system comes to act as the hard magnetic substance.

[0050] The magnet with such a nano composite organization mainly has the next descriptions 1-5.

[0051] 1) By the second **** of a J-H Fig. (drawing which took magnetization (J) along the axis of ordinate, and took the field (H) along the axis of abscissa), magnetization carries out springback reversibly (it is also called a "spring magnet" in this semantics).

[0052] 2) Magnetization nature is good and can magnetize in a comparatively low magnetic field.

[0053] 3) Compared with the case where the temperature dependence of magnetic properties is hard magnetism phase independent, it is small.

[0054] 4) Aging of magnetic properties is small.

[0055] 5) Even if it pulverizes, magnetic properties do not deteriorate.

[0056] In the alloy presentation mentioned above, a hard magnetism phase and a software magnetism phase serve as the following, for example.

[0057] Hard magnetism phase: An R2TM14B system (however, TM Fe, or Fe and Co) or an R2TM14BAI system (or an R2TM14BQ system, an R2TM14BAIQ system)

Software magnetism phase: TM (especially alpha-Fe, alpha- (Fe, Co)) or the alloy phase of TM and aluminum (or the alloy phase of TM and Q, the alloy phase of TM, and aluminum and Q)

As for the magnet powder of [manufacture of magnet powder] this invention, it is desirable to be manufactured by quenching a melting alloy, and it is desirable to grind the quenching thin band (ribbon) which quenched the molten metal of an alloy, solidified and was obtained especially, and to be manufactured. Hereafter, an example of the approach is explained.

[0058] The perspective view showing the example of a configuration of the equipment (quenching thin band manufacturing installation) which manufactures a magnet ingredient with the quenching method with which the single roll was used for drawing 4 , and drawing 5 are the cross-section side elevations showing the condition near the collision part to the cooling roller of the molten metal in the equipment shown in drawing 4 .

[0059] As shown in drawing 4 , the quenching thin band manufacturing installation 1 is equipped with

the barrel 2 which can contain a magnet ingredient, and the cooling roller 5 which rotates in the direction of drawing Nakaya mark 9A to this barrel 2. The nozzle (orifice) 3 which injects the molten metal of a magnet ingredient (alloy) is formed in the lower limit of a barrel 2.

[0060] Moreover, by arranging the coil 4 for heating at an about three nozzle [of a barrel 2] periphery, and impressing a RF to this coil 4, the inside of a barrel 2 is heated (induction heating), and the magnet ingredient in a barrel 2 is changed into a melting condition.

[0061] The cooling roller 5 consists of a base 51 and a surface layer 52 which forms the peripheral surface 53 of a cooling roller 5.

[0062] The component of a base 51 may consist of the quality of the materials which may really consist of the same quality of the materials as a surface layer 52, and are different in a surface layer 52.

[0063] Although especially the component of a base 51 is not limited, it is desirable to consist of metallic materials with high thermal conductivity like copper or a copper system alloy so that the heat of a surface layer 52 can be radiated more quickly.

[0064] Moreover, a surface layer 52 has thermal conductivity equivalent to a base 51, or it is desirable to consist of ingredients lower than a base 51.

[0065] Such a quenching thin band manufacturing installation 1 is installed in a chamber (not shown), and operates in the condition of having filled up with inert gas or other controlled atmospheres preferably in this chamber. In order to prevent oxidation of the quenching thin band 8 especially, as for a controlled atmosphere, it is desirable that it is inert gas, such as for example, argon gas, gaseous helium, and nitrogen gas.

[0066] When magnet ingredients (alloy) are paid in a barrel 2, and it heats with a coil 4, it fuses in the quenching thin band manufacturing installation 1 and the regurgitation of the molten metal 6 is carried out from a nozzle 3, as shown in drawing 5, a molten metal 6 After colliding with the peripheral surface 53 of a cooling roller 5 and forming a paddle (cold slug well) 7, it is cooled quickly, and solidifies, being dragged by the peripheral surface 53 of the rotating cooling roller 5, and the quenching thin band 8 is formed continuously or intermittently. Thus, soon, the roll side 81 separates from a peripheral surface 53, and the formed quenching thin band 8 runs in the direction of arrow-head 9B in drawing 4. In addition, a dotted line shows the coagulation interface 71 of a molten metal among drawing 5.

[0067] Although the suitable range changes with wettability to the presentation of an alloy molten metal, and the molten metal 6 of a peripheral surface 53 etc., because of the improvement in magnetic properties, as for the peripheral velocity of a cooling roller 5, it is desirable that it is 1-60m/second, and it is usually more desirable that it is 5-40m/second. The inclination for the diameter of crystal grain to increase is shown, and if the peripheral velocity of a cooling roller 5 is too quick conversely, even if most will serve as an amorphous organization and it will add heat treatment after that in any case, it becomes impossible for thickness t of the quenching thin band 8 to become thick depending on the volumetric flow rate (volume of the molten metal breathed out by per unit time amount) of the quenching thin band 8, if the peripheral velocity of a cooling roller 5 is too slow, and to desire improvement in magnetic properties.

[0068] In addition, to the obtained quenching thin band 8, it can also heat-treat, for example for promotion of recrystallization of an amorphous organization, and homogenization of an organization. As conditions for this heat treatment, it is 400-900 degrees C, and is about 0.5 - 300 minutes, for example.

[0069] Moreover, in order to prevent oxidation, as for this heat treatment, it is desirable to carry out in a non-oxidizing atmosphere like [under a vacuum or a reduced pressure condition (for example, 1×10^{-1} -

1x10⁻⁶ Torr) or in inert gas, such as nitrogen gas, argon gas, and gaseous helium,].

[0070] The quenching thin band (thin band-like magnet ingredient) 8 obtained by the above manufacture approaches serves as a fine crystal organization or an organization where a fine crystal is contained during an amorphous organization, and outstanding magnetic properties are acquired. And the magnet powder of this invention is obtained by grinding this quenching thin band 8.

[0071] Especially the approach of grinding is not limited, for example, can be performed using various grinding equipments, such as a ball mill, a vibration mill, a jet mill, and a pin mill, and shredding equipment. In this case, grinding can also be performed in a non-oxidizing atmosphere like [under a vacuum or a reduced pressure condition (for example, 1x10⁻¹ - 1x10⁻⁶ Torr) or in inert gas, such as nitrogen gas argon gas, and gaseous helium,], in order to prevent oxidation.

[0072] Although especially the mean diameter of magnet powder is not limited, in the case of the thing for manufacturing the isotropic bond magnet mentioned later, in consideration of antioxidizing of magnet powder, and prevention of magnetic properties degradation by grinding, its about 0.5-150 micrometers are desirable, its about 1-65 micrometers are more desirable, and its about 5-55 micrometers are still more desirable.

[0073] Moreover, in order to obtain the better moldability at the time of shaping of a bond magnet, the particle size distribution of magnet powder has that desirable which is distributed to some extent (there is variation). When the void content of the obtained bond magnet can be reduced by this, consequently the content of the magnet powder in a bond magnet is made the same, the consistency and mechanical strength of a bond magnet can be raised more, and magnetic properties can be improved further.

[0074] In addition, to the obtained magnet powder, it can also heat-treat for the purpose of removal of the effect of the strain introduced by grinding, and control of the diameter of crystal grain, for example. As conditions for this heat treatment, it is 350-850 degrees C, and is about 0.5 - 300 minutes, for example.

[0075] Moreover, in order to prevent oxidation, as for this heat treatment, it is desirable to carry out in a non-oxidizing atmosphere like [under a vacuum or a reduced pressure condition (for example, 1x10⁻¹ - 1x10⁻⁶ Torr) or in inert gas, such as nitrogen gas, argon gas, and gaseous helium,].

[0076] When a bond magnet is manufactured using the above magnet powder, such magnet powder has good affinity (wettability of joint resin) with joint resin, therefore this bond magnet has a high mechanical strength, and it becomes the thing excellent in thermal stability (thermal resistance) and corrosion resistance. Therefore, the magnet powder concerned fits manufacture of a bond magnet.

[0077] In addition, above, as a quenching method, although the single rolling method was explained to the example, the congruence rolling method may be adopted. moreover -- in addition, the atomizing method like for example, gas atomization, a rotation disc method, and mechanical alloying (MA) -- you may manufacture by law etc. Since such a quenching method can make a metal texture (crystal grain) detailed, it is effective in raising the magnet property of a bond magnet, especially coercive force, etc.

[0078] [A bond magnet and its manufacture], next the isotropic rare earth bond magnet (only henceforth a "bond magnet") of this invention are explained.

[0079] The bond magnet of this invention comes to join the above-mentioned magnet powder together by joint resin.

[0080] As joint resin (binder), any of thermoplastics and thermosetting resin are sufficient.

[0081] as thermoplastics -- a polyamide (example: -- nylon 6, Nylon 46, Nylon 66, Nylon 610, Nylon 612, Nylon 11, Nylon 12, Nylon 612, nylon 6 -66, and nylon 6 T --) Liquid crystal polymers, such as nylon 9T,

thermoplastic polyimide, and aromatic polyester, Polyphenylene oxide, polyphenylene sulfide, polyethylene, Polyolefines, such as polypropylene and an ethylene-vinylacetate copolymer, Denaturation polyolefine, a polycarbonate, polymethylmethacrylate, Polyester, such as polyethylene terephthalate and polybutylene terephthalate, The copolymer which is mainly concerned with these, a blend object, a polymer alloy, etc. are mentioned, and a polyether, a polyether ether ketone, polyether imide, polyacetal, etc. can mix and use 1 of sorts of these, and two sorts or more.

[0082] Also among these, especially the moldability is excellent, and since the mechanical strength is high, that which is mainly concerned with a liquid crystal polymer and polyphenylene sulfide from the point of a polyamide and heat-resistant improvement is desirable. Moreover, these thermoplastics is excellent also in kneading nature with magnet powder.

[0083] Such thermoplastics has the advantage that selection wide range like what thought the moldability as important, and the thing which thought thermal resistance and a mechanical strength as important is attained by the class, copolymerization-ization, etc.

[0084] On the other hand, as thermosetting resin, various epoxy resins, such as a bisphenol mold, a novolak mold, and a naphthalene system, phenol resin, a urea resin, melamine resin, polyester (unsaturated polyester) resin, polyimide resin, silicone resin, polyurethane resin, etc. are mentioned, and 1 of sorts of these and two sorts or more can be mixed and used, for example.

[0085] From the point of especially the moldability being excellent also among these, and a mechanical strength being high and excelling in thermal resistance, an epoxy resin, phenol resin, polyimide resin, and silicone resin are desirable, and especially an epoxy resin is desirable. Moreover, these thermosetting resin is excellent also in kneading nature with magnet powder, and the homogeneity of kneading.

[0086] In addition, the thing of a solid [thing / liquefied] (powdered) is sufficient as the thermosetting resin (un-hardening) used at a room temperature.

[0087] Such a bond magnet of this invention is manufactured as follows, for example. Magnet powder, joint resin, and the constituent for bond magnets (compound) that contains additives (an anti-oxidant, lubricant, etc.) if needed are manufactured, and it fabricates in a desired magnet configuration all over a non-magnetic field using this constituent for bond magnets by the shaping approaches, such as compression molding (press forming), extrusion molding, and injection molding. When joint resin is thermosetting resin, it is hardened with heating etc. after shaping.

[0088] Here, by these shaping approaches, although there is an advantage, like extrusion molding and injection molding (especially injection molding) have the large degree of freedom of configuration selection among said three sorts of shaping approaches, and productivity is high, since fluidity with the compound sufficient in order to obtain a good moldability in a making machine must be secured, compared with compression molding, densification of making [many] the content of magnet powder, i.e., the bond magnet, cannot be carried out. However, in this invention, since high flux density is obtained, therefore the magnetic properties which were excellent even if it did not carry out densification of the bond magnet are acquired so that it may mention later, the advantage is enjoyable also to the bond magnet manufactured by extrusion molding and injection molding.

[0089] Especially the content (content) of the magnet powder in a bond magnet is not limited, but is usually determined in consideration of coexistence with the shaping approach, and a moldability and high magnetic properties. It is desirable that it is about 75-99wt%, and, specifically, it is more desirable that it is about 85-97.5wt%.

[0090] Although the bond magnet was especially manufactured by compression molding, as for the content of magnet powder, to a case, it is desirable that it is about 90-99wt%, and it is more desirable to it that it is about 93-98.5wt%.

[0091] Moreover, although the bond magnet was manufactured by extrusion molding or injection molding, as for the content of magnet powder, to a case, it is desirable that it is about 75-98wt%, and it is more desirable to it that it is about 85-97wt%.

[0092] The consistency rho of a bond magnet is determined by factors, such as specific gravity of the magnet powder contained in it, a content of magnet powder, and a void content. In the bond magnet of this invention, although especially the consistency rho is not limited, it is desirable that it is about three 5.3 - 6.6 Mg/m, and it is more desirable that it is about three 5.5 - 6.4 Mg/m.

[0093] Since the flux density of magnet powder is high and coercive force is also large to some extent, even when it fabricates to a bond magnet in this invention, and there are many contents of magnet powder and there are [not to mention] comparatively few contents, by it, outstanding magnetic properties (especially high magnetic energy product) are acquired.

[0094] the configuration of the bond magnet of this invention, especially a dimension, etc. are limited -- not having -- for example, a configuration -- being related -- cylindrical and a prismatic form -- the thing of all configurations, such as cylindrical (the shape of a ring), circular, plate-like, and curve tabular, is possible, and the thing of all magnitude is possible also for the magnitude from a large-sized thing to a micro thing. it is as this detail in the letter describing frequently that it is especially advantageous to the magnet miniaturized and microminiaturized.

[0095] In the demagnetization curve in the J-H Fig. (drawing which took magnetization (J) along the axis of ordinate, and took the field (H) along the axis of abscissa) to which the above bond magnets of this invention express the magnetic properties in a room temperature The irreversible susceptibility (χ_{irr}) at the time of measuring an intersection with the straight line a passage and whose inclination (J/H) are $-3.8 \times 10^{-6} \text{H/m}$ about the zero in a J-H Fig. as a starting point is $5.0 \times 10^{-7} \text{H/m}$ or less. Furthermore, it has the magnetic properties (magnetic engine performance) that the proper coercive force (H_{cJ}) in a room temperature is 406 - 717 kA/m. Hereafter, sequential explanation is given about irreversible susceptibility (χ_{irr}) and proper coercive force (H_{cJ}).

[0096] With [irreversible susceptibility] irreversible susceptibility (χ_{irr}) As shown in drawing 6, in the demagnetization curve in a J-H Fig., the inclination of the tangent of the demagnetization curve concerned in a certain point P is made into differential susceptibility (χ_{dif}). When the inclination (slope of a line which connects the both ends of a recoiling curve) of the recoiling curve concerned at the time of once reducing the magnitude of a demagnetizing field from said point P, and making a recoiling curve draw is made into reversible susceptibility (χ_{rev}), what is expressed with a degree-type (unit: a henry/m) is said.

[0097] irreversible susceptibility (χ_{irr}) = -- differential susceptibility (χ_{dif}) - reversible susceptibility (χ_{rev}) -- in addition -- this invention -- the demagnetization curve in a J-H Fig. -- setting -- the zero in a J-H Fig. -- a passage -- and -- inclining (J/H) -- the intersection with the straight line y which is $-3.8 \times 10^{-6} \text{H/m}$ was made into said point P.

[0098] In this invention, the reason for having defined the upper limit of the irreversible susceptibility (χ_{irr}) in a room temperature in $5.0 \times 10^{-7} \text{H/m}$ is as follows.

[0099] As mentioned above, since irreversible susceptibility (χ_{irr}) is what shows the rate of change to

the field of the magnetization which does not return even if it decreases that absolute value once it applies a demagnetizing field, it can aim at improvement in the thermal stability of a bond magnet, especially reduction of the absolute value of an irreversible demagnetizing factor by holding down this irreversible susceptibility (χ_{irr}) to a to some extent small value. In the range of the irreversible susceptibility (χ_{irr}) in this invention, the absolute value becomes about 5% or less, and, as for the irreversible demagnetizing factor when returning a bond magnet to a room temperature after leaving it under the environment of for example, 100 degree-Cx 1 hour, it is actually acquired, thermal resistance, i.e., thermal stability, sufficient practically (setting especially to use of a motor etc.).

[0100] On the other hand, if irreversible susceptibility (χ_{irr}) exceeds m in $5.0 \times 10^{-7} \text{H/m}$, the absolute value of an irreversible demagnetizing factor will increase and sufficient thermal stability will not be acquired. Moreover, since square shape nature worsens while proper coercive force becomes low, in actual use of a bond magnet, it will be restricted to use for the application [like] to which a permeance coefficient (P_c) becomes large (for example, $P_c \geq 5$). Moreover, the fall of coercive force also becomes bringing about the fall of thermal stability.

[0101] Although the reason for having defined the irreversible susceptibility (χ_{irr}) in a room temperature in $5.0 \times 10^{-7} \text{H/m}$ or less is as above, the smallest possible value is desirable, therefore as for irreversible susceptibility (χ_{irr}), it is more desirable that irreversible susceptibility (χ_{irr}) is $4.5 \times 10^{-7} \text{H/m}$ or less in this invention, and it is still more desirable that it is $4.0 \times 10^{-7} \text{H/m}$ or less.

[0102] The proper coercive force (H_{cJ}) in the room temperature of a [proper coercive force] bond magnet is 406 - 717 kA/m. Especially, 435 - 677 kA/m is more desirable.

[0103] When proper coercive force (H_{cJ}) exceeds said upper limit, magnetization nature is inferior, and demagnetization when a reverse magnetic field starts that it is said under lower limit depending on the application of a motor becomes remarkable, and hot thermal resistance is inferior. Therefore, even when carrying out multi-electrode magnetization etc. to a bond magnet (especially cylindrical magnet) by making proper coercive force (H_{cJ}) into the above-mentioned range and sufficient magnetization magnetic field is not obtained, good magnetization is attained, sufficient flux density is obtained, and a highly efficient bond magnet, especially the bond magnet for motors can be offered.

[0104] Although especially maximum magnetic energy (product BH) max of the bond magnet of this invention is not limited, its about three 87 - 125 kJ/m is desirable, and its about three 100 - 125 kJ/m is more desirable.

[0105]

[Example] (Example 1) The alloy presentation obtained the magnet powder (two or more sorts of magnet powder to which the aluminum content w was changed variously) of $\text{Nd}_{8.7}\text{Fe}_{77.2-w}\text{Co}_{8.5}\text{B}_{5.6}\text{Al}_w$ by approach which is described below.

[0106] First, weighing capacity of each raw material of Nd, Fe, Co, B, and aluminum was carried out, the hardener ingot was cast, and about 15g sample was started from this ingot.

[0107] The quenching thin band manufacturing installation of a configuration of being shown in drawing 4 and drawing 5 was prepared, and said sample was put in in the quartz tube which prepared the nozzle (circular hole orifice) in the pars basilaris ossis occipitalis. After deaerating the inside of the chamber by which the quenching thin band manufacturing installation 1 is contained, inert gas (argon gas and gaseous helium) was introduced, and it considered as desired temperature and the ambient atmosphere of a pressure.

[0108] Then, the ingot sample in a quartz tube was dissolved by high-frequency induction heating, further, the peripheral velocity and injection pressure (differential pressure of the internal pressure of a quartz tube and ambient pressure) of a cooling roller were adjusted to each a second at 20m /and 40kPa, the molten metal was turned and injected to the peripheral surface of a cooling roller, and the quenching thin band (average thickness: about 30 micrometers, average width of face : about 1.6mm) was obtained.

[0109] After carrying out coarse grinding of this quenching thin band, heat treatment for [680 degree-Cx] 300 seconds was performed in the argon gas ambient atmosphere, and two or more sorts of magnet powder with which the aluminum contents w differ was obtained.

[0110] About each obtained magnet powder, in order to analyze the phase configuration, the X diffraction was performed at 20 degrees - 60 degrees of angle of diffractions using Cu-Kalpha. The diffraction peak of the Nd₂ (Fe-Co)₁₄B plane 1 which is a hard magnetism phase, and alpha-(Fe, Co) phase which is a software magnetism phase could be checked from the diffraction pattern, and forming the nano composite organization was checked from the observation result by the transmission electron microscope (TEM).

[0111] Next, for grain refining, the grinder (RAIKAI machine) was used further, and each magnet powder was ground in argon gas, and was used as magnet powder with a mean particle diameter of 60 micrometers.

[0112] This magnet powder, the epoxy resin (joint resin), and a small amount of hydrazine system anti-oxidant were mixed and kneaded, and the constituent for bond magnets (compound) was produced.

[0113] Subsequently, this compound was ground, it presupposed that it is granular, and weighing capacity of this granular object was carried out, it was filled up in the metal mold of press equipment, compression molding (inside of a non-magnetic field) was carried out by pressure 7 ton/cm², and the Plastic solid was acquired.

[0114] The epoxy resin was stiffened with 150-degree C heating after mold release (cure processing), and the isotropic bond magnet of the shape of a cylinder with a diameter [of 10mm] phix height of 7mm was obtained. The content of the magnet powder in each bond magnet was about 97 wt(s)%. Moreover, the consistencies of each bond magnet were about 6.21 Mg/m³.

[0115] About <evaluation of magnetic properties and irreversible susceptibility> each bond magnet, after giving pulse magnetization with the magnetic field strength of 3.2MA/m, magnetic properties (a residual magnetic flux density Br, the proper coercive force HcJ, maximum magnetic energy (product BH) max) were measured by maximum impression magnetic field 2.0 MA/m with the account fluxmeter of *****. The temperature at the time of measurement was 23 degrees C (room temperature).

[0116] the demagnetization curve of a J-H Fig. obtained as shown in drawing 7 -- setting -- a zero -- a passage -- inclining (J/H) -- the intersection P with the straight line which is -3.8×10^{-6} H/m was made into the starting point, once it changed the field from here to 0, it had returned again and the recoiling curve was drawn, and it asked for the inclination (slope of a line which connects the both ends of a recoiling curve) of this recoiling curve as reversible susceptibility (chirev). Moreover, it asked for the inclination of the tangent of the demagnetization curve in said intersection P as differential susceptibility (chidif). It asked for the irreversible susceptibility (chiirr) in a room temperature as $\text{chi irr} = \text{chi dif} - \text{chi rev}$. These results are shown in the following table 1.

[0117] <heat-resistant evaluation>, next the thermal resistance (thermal stability) of each of said bond magnet (diameter [of 10mm] phix height of 7mm -- cylindrical) were investigated. This thermal resistance measured and evaluated the irreversible demagnetizing factor at the time of returning to a

room temperature (initial demagnetizing factor), after holding the bond magnet under the environment of 100 degree-Cx 1 hour. The result is shown in the following table 1. It excels in thermal resistance (thermal stability), so that the absolute value of an irreversible demagnetizing factor (initial demagnetizing factor) is small.

[0118] in order to evaluate <evaluation of magnetization nature>, next the magnetization nature of a bond magnet, the rate of magnetization when changing various magnetization fields (magnetization magnetic field) was investigated about said each bond magnet (diameter [of 10mm] phi x height of 7mm -- cylindrical). The rate of magnetization made 100% the value of the residual magnetic flux density when making a magnetization field into 4.8 MA/m, and showed it by the ratio to this. The magnitude of a magnetization field in case the rate of magnetization becomes 90% is shown in the following table 1. It excels in magnetization nature, so that this value is small.

[0119]

[Table 1]

[0120] As shown in the <comprehensive evaluation> table 1, the aluminum content w in magnet powder is 0.02 to 1.5 atom %, and it has the magnetic properties (a residual magnetic flux density, proper coercive force, the maximum magnetic energy product) irreversible susceptibility (chiirr) excelled [magnetic properties] in each isotropy bond magnet of 5.0×10^{-7} H/m or less, and since the absolute value of an irreversible demagnetizing factor is also small, thermal resistance (thermal stability) is high, and magnetization nature is also still better.

[0121] Since it is above, according to this invention, it is highly efficient and a reliable (especially thermal resistance) bond magnet can be offered. When a bond magnet is especially used as a motor, the high engine performance is demonstrated.

[0122] (Example 2) By the same approach as an example 1, the alloy presentation manufactured the quenching thin band (two or more sorts of quenching thin bands to which the amount y of Pr permutations was changed variously) of $8.8(\text{Nd}_{1-y}\text{Pr}_y)\text{Fe}_{10}\text{Co}_{7.5}\text{B}_{5.8}\text{Aluminum}_{0.7}$, and performed heat treatment for [680 degree-Cx] 10 minutes in the argon gas ambient atmosphere. From the same analytical method as the above, it was checked that the organization of this quenching thin band forms the nano composite organization.

[0123] Next, like the example 1, magnet powder was obtained from said quenching thin band, and the isotropic bond magnet [being cylindrical (the shape of a ring)] with an outer-diameter 20mmphi and bore [of 18mm] phi x height of 7mm was manufactured from this magnet powder. The content of the magnet powder in each bond magnet was about 96.8 wt(s)%. Moreover, the consistencies of each bond magnet were about 6.18 Mg/m³.

[0124] About these, magnetic properties (a residual magnetic flux density Br, the proper coercive force HcJ, maximum magnetic energy (product BH) max) and irreversible susceptibility (chiirr) were measured and evaluated by the same approach as an example 1. The result is shown in the following table 2.

[0125] Moreover, multi-electrode magnetization of these bond magnets was carried out on the 12 poles, respectively, and DC brushless motor was assembled, using this as a Rota magnet. In this DC brushless motor, when the reverse electromotive voltage generated in the coil coil when rotating Rota by 4000rpm was measured, the electrical potential difference with anything high enough was obtained, and it was

checked that it is the motor of high performance.

[0126] Next, the bond magnet was manufactured for the size of a bond magnet like the example 1 using two or more sorts of magnet powder with which the amounts y of Pr permutations mentioned above differ with a diameter [of 10mm] phi x height of 7mm except having presupposed that it is cylindrical, respectively.

[0127] About these, thermal resistance (thermal stability) and magnetization nature were measured and evaluated by the same approach as an example 1. The result is shown in the following table 2.

[0128]

[Table 2]

Prの 置換量y	Br (T)	Hc J (kA/m)	(BH) max (kJ/m ³)	χ_{irr} ($\times 10^{-1} \text{A}^2/\text{J} \cdot \text{m}$)	不可逆減磁率 (%)	着磁率90% での着磁磁界 (kA/m)
0	0.88	520	110.0	3.5	-3.6	0.75
0.1	0.88	526	112.6	3.4	-3.5	0.76
0.2	0.89	540	114.9	3.2	-3.3	0.78
0.4	0.89	559	118.5	3.5	-3.6	0.82
0.6	0.86	570	105.2	4.0	-4.1	0.84
0.8	0.83	550	96.1	4.7	-4.8	0.79

[0129] As shown in Table 2, they has outstanding magnetic properties (a residual magnetic flux density, proper coercive force, the maximum magnetic energy product), and since the absolute value of an irreversible demagnetizing factor is small, each of each isotropic bond magnets has high thermal resistance (thermal stability), and its magnetization nature is also good. It turns out that improvement in proper coercive force and the maximum magnetic energy product (square shape nature) can be aimed at, maintaining the thermal resistance and magnetization nature which were excellent by having permuted a part of Nd by the specified quantity (it being 75% or less to the whole R) Pr especially.

[0130] Since it is above, according to this invention, it is highly efficient and a reliable (especially thermal resistance) bond magnet can be offered. When a bond magnet is especially used as a motor, the high engine performance is demonstrated.

[0131] (Example 3) By the same approach as an example 1, the alloy presentation manufactured the quenching thin band (two or more sorts of quenching thin bands to which various the amounts of Dy permutations (1-z) were changed) of $9.0(z\text{Dy}(\text{Nd}0.5\text{Pr}0.5)1-z)$ Fe₈₁Co_{7.7}B_{5.6}Al_{0.5}, and performed heat treatment for [680 degree-Cx] 12 minutes in the argon gas ambient atmosphere. From the same analytical method as the above, it was checked that the organization of this quenching thin band forms the nano composite organization.

[0132] Next, like the example 1, magnet powder was obtained from said quenching thin band, and the isotropic bond magnet [being cylindrical (the shape of a ring)] with an outer diameter 20mmphi and bore [of 18mm] phi x height of 7mm was manufactured from this magnet powder. The content of the magnet powder in each bond magnet was about 96.8 wt(s)%. Moreover, the consistencies of each bond magnet were about 6.20 Mg/m³.

[0133] About these, magnetic properties (a residual magnetic flux density Br, the proper coercive force

HcJ, maximum magnetic energy (product BH) max) and irreversible susceptibility (chiirr) were measured and evaluated by the same approach as an example 1. The result is shown in the following table 3.

[0134] Moreover, multi-electrode magnetization of these bond magnets was carried out on the 12 poles, respectively, and DC brushless motor was assembled, using this as a Rota magnet. In this DC brushless motor, when the reverse electromotive voltage generated in the coil coil when rotating Rota by 4000rpm was measured, the electrical potential difference with anything high enough was obtained, and it was checked that it is the motor of high performance.

[0135] Next, the bond magnet was manufactured for the size of a bond magnet like the example 1 using two or more sorts of magnet powder with which amount of Dy permutations 1-z mentioned above differs with a diameter [of 10mm] phix height of 7mm except having presupposed that it is cylindrical, respectively.

[0136] About these, thermal resistance (thermal stability) and magnetization nature were measured and evaluated by the same approach as an example 1. The result is shown in the following table 3.

[0137]

[Table 3]

Dyの 置換量 1-z	Br (T)	HcJ (kA/m)	(BH) max (kJ/m ³)	χ_{irr} ($\times 10^{-7}$ A/m)	不可逆減磁率 (%)	着磁率90% での着磁磁界 (MA/m)
0.01	0.88	548	109.1	3.6	-3.6	0.76
0.04	0.87	575	108.2	3.5	-3.4	0.78
0.06	0.86	592	106.6	3.4	-3.3	0.81
0.08	0.85	611	105.6	3.1	-3.0	0.83
0.10	0.83	623	102.8	3.2	-3.1	0.86
0.15	0.78	608	93.2	4.5	-4.5	0.93

[0138] As shown in Table 3, they has outstanding magnetic properties (a residual magnetic flux density, proper coercive force, the maximum magnetic energy product), and since the absolute value of an irreversible demagnetizing factor is small, each of each isotropic bond magnets has high thermal resistance (thermal stability), and its magnetization nature is also good. It turns out that improvement in proper coercive force and the maximum magnetic energy product (square shape nature) can be aimed at, maintaining the thermal resistance and magnetization nature which were excellent by having carried out specified quantity (it being 14% or less to whole R) addition of the Dy especially.

[0139] Since it is above, according to this invention, it is highly efficient and a reliable (especially thermal resistance) bond magnet can be offered. When a bond magnet is especially used as a motor, the high engine performance is demonstrated.

[0140] (Example 4) By the same approach as an example 1, the alloy presentation manufactured the quenching thin band (two or more sorts of quenching thin bands to which the Si content v was changed variously) of Nd_{5.3}Pr_{2.8}Dy_{0.6}Fe_{76.8-v}Co_{8.5}B_{5.6}aluminum_{0.4}Si_v, and performed heat treatment for [670 degree-Cx] 8 minutes in the argon gas ambient atmosphere. From the same analytical method as the above, it was checked that the organization of this quenching thin band forms the nano composite organization.

[0141] Next, like the example 1, magnet powder was obtained from said quenching thin band, and the isotropic bond magnet [being cylindrical (the shape of a ring)] with an outer-diameter 20mmphi and bore [of 18mm] phix height of 7mm was manufactured from this magnet powder. The content of the magnet powder in each bond magnet was about 96.9 wt(s)%. Moreover, the consistencies of each bond magnet were about 6.19 Mg/m³.

[0142] About these, magnetic properties (a residual magnetic flux density Br, the proper coercive force HcJ, maximum magnetic energy (product BH) max) and irreversible susceptibility (chiirr) were measured and evaluated by the same approach as an example 1. The result is shown in the following table 4.

[0143] Moreover, multi-electrode magnetization of these bond magnets was carried out on the 12 poles, respectively, and DC brushless motor was assembled, using this as a Rota magnet. In this DC brushless motor, when the reverse electromotive voltage generated in the coil coil when rotating Rota by 4000rpm was measured, the electrical potential difference with anything high enough was obtained, and it was checked that it is the motor of high performance.

[0144] Next, the bond magnet was manufactured for the size of a bond magnet like the example 1 using two or more sorts of magnet powder with which the Si contents v mentioned above differ with a diameter [of 10mm] phix height of 7mm except having presupposed that it is cylindrical, respectively.

[0145] While measuring and evaluating thermal resistance (thermal stability) and magnetization nature by the same approach as an example 1 about these, the following approaches measured and estimated the corrosion resistance of magnet powder, and the corrosion resistance of a bond magnet. The result is shown in the following table 4.

[0146] The appearing trial estimated the corrosion resistance of the <corrosion resistance of magnet powder> magnet powder. After this appearing trial set magnet powder by turns under the environment for 30 degree-Cx50%RHx 15 minutes, and the environment for 80 degree-Cx95%RHx 15 minutes and repeated this 24 times, it carried out microscope observation of the front face of magnet powder, and evaluated the generating situation of rust in the following four steps.

[0147]

A: all generating **-less B: of rust -- generating of rust -- small -- it is -- those of C:rust with generating -- the generating remarkable <corrosion resistance of bond magnet> bond magnet (ten pieces each) of D:rust -- the constant temperature of 60 degree-Cx95%RH -- it put into the constant humidity chamber and the mean time until it carries out rusting to a front face was investigated. The die length of time amount until it carries out rusting estimated in the following four steps.

[0148]

after A:500-hour progress has no rusting -- B:400 hours or more and less than 500 hours -- more than rusting C:300 hour and less than 400 hours -- less than [rusting D:300 hour] -- rusting [0149]

[Table 4]

Siの 含有量v	Br (T)	Hc j (kA/m)	(BH) max (kJ/m ³)	χ_{irr} ($\times 10^{-3}$ ヘリ-/m)	不可逆減磁 率 (%)	着磁率90% での着磁磁界 (kA/m)	磁石粉末 の耐食性	ボンド磁石 の耐食性
0	0.85	575	106.2	3.5	-3.7	0.79	B	B
0.1	0.86	581	110.3	3.4	-3.5	0.81	B	A
0.3	0.88	597	119.5	3.3	-3.3	0.84	A	A
0.8	0.86	609	115.2	3.0	-3.1	0.90	A	A
2.0	0.84	623	107.8	2.5	-2.8	0.92	A	A
3.0	0.81	635	100.4	2.3	-2.5	0.95	A	A

[0150] As shown in the <comprehensive evaluation> table 4, each of each isotropic bond magnets has outstanding magnetic properties (a residual magnetic flux density, proper coercive force, the maximum magnetic energy product) and thermal resistance (thermal stability), and its magnetization nature is also good.

[0151] Compared with what does not contain Si, the corrosion resistance of the magnet powder itself and the corrosion resistance of the thing [especially] that carries out specified quantity (0.1 to 3 atom %) content of the Si into magnet powder of a bond magnet are improving. Therefore, on the occasion of actual use, protection coating, such as performing coating for corrosion prevention to the front face of a bond magnet, can be omitted or eased.

[0152] Since it is above, according to this invention, it is highly efficient and a reliable (especially thermal resistance, corrosion resistance) bond magnet can be offered. When a bond magnet is especially used as a motor, the high engine performance is demonstrated.

[0153] (Example 5) The isotropic bond magnet of this invention was manufactured like the above-mentioned examples 1-4 except having manufactured the bond magnet by extrusion molding. In addition, the polyamide (Nylon 610) was used for joint resin. Moreover, the consistencies of each bond magnet of the content of the magnet powder in each bond magnet were about 5.85 Mg/m³ about 95.5 wt(s)%.

[0154] When measurement and evaluation (corrosion-resistant evaluation in the example 4 is also included) were performed like the above to each bond magnet, the same result as the above was obtained. The still better result was obtained especially about the corrosion resistance of a bond magnet.

[0155] (Example 6) The isotropic bond magnet of this invention was manufactured like the above-mentioned examples 1-4 except having manufactured the bond magnet with injection molding. In addition, polyphenylene sulfide was used for joint resin. Moreover, the consistencies of each bond magnet of the content of the magnet powder in each bond magnet were about 5.63 Mg/m³ about 94.1 wt(s)%.

[0156] When the same measurement as the above and evaluation (corrosion-resistant evaluation in the example 4 is also included) were performed to each bond magnet, the same result as the above was obtained. The still better result was obtained especially about the corrosion resistance of a bond magnet.

[0157]

[Effect of the Invention] According to this invention, the following effectiveness is acquired as stated above.

[0158] In order that magnet powder may have a nano composite organization and may carry out

specified quantity content of the aluminum, magnetization is high, outstanding magnetic properties are demonstrated and proper coercive force and square shape nature are improved especially.

[0159] - The absolute value of an irreversible demagnetizing factor is small, and the outstanding thermal resistance (thermal stability) is obtained.

[0160] - Since high flux density is obtained, even if it is isotropy, a bond magnet with high magnetic properties is obtained. Since the magnetic engine performance more than equivalent can be especially demonstrated with the bond magnet of the smaller volume compared with the isotropic conventional bond magnet, it becomes it is more small and possible to obtain the motor of high performance.

[0161] - Since high flux density is obtained again, on the occasion of manufacture of a bond magnet, even if it does not pursue densification, magnetic properties high enough can be acquired, consequently further improvement dimensional accuracy, a mechanical strength, corrosion resistance, heat-resistant (thermal stability) can be aimed at with improvement in a moldability, and it becomes possible to manufacture a reliable bond magnet easily. When it contains Si especially, the more excellent corrosion resistance is acquired.

[0162] - Since magnetization nature is good, it can magnetize in a lower magnetization magnetic field, and multi-electrode magnetization etc. can especially be ensured [easily], and it can obtain high flux density.

[0163] - Since densification is not required, it is suitable also for manufacture of the bond magnet by the extrusion method and injection-molding method which shaping of high density cannot carry out easily compared with compression forming, and effectiveness which was mentioned above is acquired also with the bond magnet fabricated by such shaping approach. Therefore, the width of face of selection of the shaping approach of a bond magnet and the degree of freedom of configuration selection according to it further spread.

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DESCRIPTION OF DRAWINGS

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] It is drawing showing typically an example of a nano composite organization (macrostructure) in the magnet powder of this invention.

[Drawing 2] It is drawing showing typically an example of a nano composite organization

(macrostructure) in the magnet powder of this invention.

[Drawing 3] It is drawing showing typically an example of a nano composite organization (macrostructure) in the magnet powder of this invention.

[Drawing 4] It is the perspective view showing the example of a configuration of the equipment (quenching thin band manufacturing installation) which manufactures a magnet ingredient.

[Drawing 5] It is the cross-section side elevation showing the condition near the collision part to the cooling roller of the molten metal in the equipment shown in drawing 4 .

[Drawing 6] It is drawing (J-H Fig.) for explaining irreversible susceptibility.

[Drawing 7] It is the J-H Fig. showing a demagnetization curve and a recoiling curve.

[Description of Notations]

1 Quenching Thin Band Manufacturing Installation

2 Barrel

3 Nozzle

4 Coil

5 Cooling Roller

51 Base

52 Surface Layer

53 Peripheral Surface

6 Molten Metal

7 Paddle

71 Coagulation Interface

8 Quenching Thin Band

81 Roll Side

9A Arrow head

9B Arrow head

10 Software Magnetism Phase

11 Hard Magnetism Phase

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11)特許番号

特許第3275882号

(P3275882)

(45)発行日 平成14年4月22日(2002.4.22)

(24)登録日 平成14年2月8日(2002.2.8)

(51)Int.Cl.⁷

識別記号

F I

H 0 1 F 1/053

B 2 2 F 1/00

Y

B 2 2 F 1/00

9/08

M

9/08

H 0 1 F 1/08

A

H 0 1 F 1/06

1/04

H

1/08

1/06

A

請求項の数17(全 14 頁)

(21)出願番号

特願平11-207910

(22)出願日

平成11年7月22日(1999.7.22)

(65)公開番号

特開2001-35712(P2001-35712A)

(43)公開日

平成13年2月9日(2001.2.9)

審査請求日

平成11年8月10日(1999.8.10)

(73)特許権者

000002369

セイコーエプソン株式会社

東京都新宿区西新宿2丁目4番1号

(72)発明者

新井 聖

長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイ

コーエプソン株式会社内

(72)発明者

加藤 洋

長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイ

コーエプソン株式会社内

(74)代理人

100095728

弁理士 上柳 雅登 (外1名)

審査官

酒井 朋広

(56)参考文献

特開 平8-335506 (J P, A)

特開 平1-211902 (J P, A)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 磁石粉末および等方性ボンド磁石

1

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】 $R_x(Fe_{1-y}Co_y)_{100-x-z-w}B_zAl_w$
 (ただし、Rは少なくとも1種の希土類元素、 $x: 8.1 \sim 9.4$ 原子%、 $y: 0 \sim 0.30$ 、 $z: 4.6 \sim 6.8$ 原子%、 $w: 0.02 \sim 1.5$ 原子%)で表される合金組成からなり、かつ、その構成組織が、ソフト磁性相とハード磁性相とが相隣接して存在する組織となっている磁石粉末であって、

結合樹脂と混合し成形して等方性ボンド磁石としたときに、室温での磁気特性を表すJ-H図での減磁曲線において、前記J-H図中の原点を通り、かつ傾き(J/H)が $-3.8 \times 10^{-6} \text{ T/m}$ である直線との交点を出発点として測定した場合の不可逆帯磁率(χ_{irr})が $5.0 \times 10^{-7} \text{ T/m}$ 以下であり、さらに、室温での固有保磁力(H_{cJ})が $406 \sim 717 \text{ kA/m}$ であるこ

2

とを特徴とする磁石粉末。

【請求項2】 前記磁石粉末は、その構成組織が、ソフト磁性相とハード磁性相とが相隣接して存在するナノコンポジット組織となっている請求項1に記載の磁石粉末。

【請求項3】 前記RはNdおよび/またはPrを主とする希土類元素である請求項1または2に記載の磁石粉末。

【請求項4】 前記Rは、Prを含み、その割合が前記R全体に対し5～75%である請求項1ないし3のいずれかに記載の磁石粉末。

【請求項5】 前記Rは、Dyを含み、その割合が前記R全体に対し14%以下である請求項1ないし4のいずれかに記載の磁石粉末。

【請求項6】 磁石粉末は、溶融合金を急冷することに

(2)

3

より得られたものである請求項1ないし5のいずれかに記載の磁石粉末。

【請求項7】 磁石粉末は、冷却ロールを用いて製造された急冷薄帯を粉砕して得られたものである請求項1ないし6のいずれかに記載の磁石粉末。

【請求項8】 磁石粉末は、その製造過程で、または製造後少なくとも1回熱処理が施されたものである請求項1ないし7のいずれかに記載の磁石粉末。

【請求項9】 平均粒径が $0.5 \sim 150 \mu\text{m}$ である請求項1ないし8のいずれかに記載の磁石粉末。

【請求項10】 請求項1ないし9のいずれかに記載の磁石粉末を結合樹脂で結合してなることを特徴とする等方性ボンド磁石。

【請求項11】 Alを含有する磁石粉末を結合樹脂で結合してなる等方性ボンド磁石であって、室温での磁気特性を表すJ-H図での減磁曲線において、前記J-H図中の原点を通り、かつ傾き(J/H)が $-3.8 \times 10^{-6} \text{ヘリ}/\text{m}$ である直線との交点を出発点として測定した場合の不可逆帯磁率(χ_{irr})が $5.0 \times 10^{-7} \text{ヘリ}/\text{m}$ 以下であり、さらに、室温での固有保磁力(H_{cJ})が $406 \sim 717 \text{kA}/\text{m}$ であることを特徴とする等方性ボンド磁石。

【請求項12】 前記磁石粉末は、R-TM-B-Al系合金(ただし、Rは少なくとも1種の希土類元素、TMは鉄を主とする遷移金属)よりなるものである請求項11に記載の等方性ボンド磁石。

【請求項13】 前記磁石粉末は、Cu、Si、Ga、Ti、V、Ta、Zr、Nb、Mo、Hf、Ag、Zn、P、Ge、Crよりなる群から選択される少なくとも1種の元素を含有する請求項11または12に記載の等方性ボンド磁石。

【請求項14】 前記元素の含有量が3原子%以下である請求項13に記載の等方性ボンド磁石。

【請求項15】 前記磁石粉末は、ソフト磁性相とハード磁性相とが相隣接して存在するナノコンポジット組織で構成されたものである請求項11ないし14のいずれかに記載の等方性ボンド磁石。

【請求項16】 多極着磁に供される、または多極着磁された請求項10ないし15のいずれかに記載の等方性ボンド磁石。

【請求項17】 モータに用いられる請求項10ないし16のいずれかに記載の等方性ボンド磁石。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、磁石粉末および等方性ボンド磁石に関する。

【0002】

【従来の技術】 モータ等の小型化を図るためには、そのモータに使用される際の(実質的なパーミアンスにおいて)磁石の磁束密度が高いことが望まれる。ボンド磁

4

石における磁束密度を決定する要因は、磁石粉末の磁化の値と、ボンド磁石中における磁石粉末の含有量(含有率)とがある。従って、磁石粉末自体の磁化がそれほど高くない場合には、ボンド磁石中の磁石粉末の含有量を極端に多くしないと十分な磁束密度が得られない。

【0003】ところで、現在、高性能な希土類ボンド磁石として使用されているものとしては、希土類磁石粉末として、MQI社製のMQP-B粉末を用いた等方性ボンド磁石が大半を占めている。等方性ボンド磁石は、異方性ボンド磁石に比べ次のような利点がある。すなわち、ボンド磁石の製造に際し、磁場配向が不要であるため、製造プロセスが簡単で、その結果製造コストが安価となることである。しかしこのMQP-B粉末に代表される従来の等方性ボンド磁石には、次のような問題点がある。

【0004】1) 従来の等方性ボンド磁石では、磁束密度が不十分であった。すなわち用いられる磁石粉末の磁化が低いため、ボンド磁石中の磁石粉末の含有量(含有率)を高めなければならないが、磁石粉末の含有量を高くすると、ボンド磁石の成形性が悪くなるため、限界がある。また、成形条件の工夫等により磁石粉末の含有量を多くしたとしても、やはり、得られる磁束密度には限界があり、このためモータの小型化を図ることはできない。

【0005】2) 保磁力が高いため、着磁性が悪く、比較的高い着磁磁場が必要であった。

【0006】3) ナノコンポジット磁石で残留磁束密度の高い磁石も報告されているが、その場合は逆に保磁力が小さすぎて、実用上モータとして得られる磁束密度(実際に使用される際のパーミアンスでの)は非常に低いものであった。また、保磁力が小さいため、熱的安定性も劣る。

【0007】4) ボンド磁石の耐食性、耐熱性が低くなる。すなわち、磁石粉末の磁気特性の低さを補うために、ボンド磁石中の磁石粉末の含有量を多くしなければならず(すなわちボンド磁石の密度を極端に高密度化することとなり)、その結果、ボンド磁石は、耐食性、耐熱性が劣り信頼性が低いものとなる。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の目的は、磁束密度が高く、着磁性に優れ、信頼性、特に温度特性に優れた磁石を提供することができる磁石粉末および等方性ボンド磁石を提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】 このような目的は、下記(1)～(17)の本発明により達成される。

【0010】(1) $R_x(\text{Fe}_{1-y}\text{Co}_y)_{100-x-z-w}\text{BzAl}_w$ (ただし、Rは少なくとも1種の希土類元素、 $x: 8.1 \sim 9.4$ 原子%、 $y: 0 \sim 0.30$ 、 $z: 4.6 \sim 6.8$ 原子%、 $w: 0.02 \sim 1.5$ 原子%)

(3)

5

で表される合金組成からなり、かつ、その構成組織が、ソフト磁性相とハード磁性相とが相隣接して存在する組織となっている磁石粉末であって、結合樹脂と混合し成形して等方性ボンド磁石としたときに、室温での磁気特性を表すJ-H図での減磁曲線において、前記J-H図中の原点を通り、かつ傾き(J/H)が -3.8×10^{-6} ヘリ/mである直線との交点を出発点として測定した場合の不可逆帯磁率(χ_{irr})が 5.0×10^{-7} ヘリ/m以下であり、さらに、室温での固有保磁力(H_{cJ})が $406 \sim 717$ kA/mであることを特徴とする磁石粉末。

【0011】(2) 前記磁石粉末は、その構成組織が、ソフト磁性相とハード磁性相とが相隣接して存在するナノコンポジット組織となっている上記(1)に記載の磁石粉末。

【0012】(3) 前記RはNdおよび/またはPrを主とする希土類元素である上記(1)または(2)に記載の磁石粉末。

【0013】(4) 前記Rは、Prを含み、その割合が前記R全体に対し5～75%である上記(1)ないし(3)のいずれかに記載の磁石粉末。

【0014】(5) 前記Rは、Dyを含み、その割合が前記R全体に対し14%以下である上記(1)ないし(4)のいずれかに記載の磁石粉末。

【0015】(6) 磁石粉末は、溶融合金を急冷することにより得られたものである上記(1)ないし(5)のいずれかに記載の磁石粉末。

【0016】(7) 磁石粉末は、冷却ロールを用いて製造された急冷薄帯を粉碎して得られたものである上記(1)ないし(6)のいずれかに記載の磁石粉末。

【0017】(8) 磁石粉末は、その製造過程で、または製造後少なくとも1回熱処理が施されたものである上記(1)ないし(7)のいずれかに記載の磁石粉末。

【0018】(9) 平均粒径が $0.5 \sim 150 \mu\text{m}$ である上記(1)ないし(8)のいずれかに記載の磁石粉末。

【0019】(10) 上記(1)ないし(9)のいずれかに記載の磁石粉末を結合樹脂で結合してなることを特徴とする等方性ボンド磁石。

【0020】(11) Alを含有する磁石粉末を結合樹脂で結合してなる等方性ボンド磁石であって、室温での磁気特性を表すJ-H図での減磁曲線において、前記J-H図中の原点を通り、かつ傾き(J/H)が -3.8×10^{-6} ヘリ/mである直線との交点を出発点として測定した場合の不可逆帯磁率(χ_{irr})が 5.0×10^{-7} ヘリ/m以下であり、さらに、室温での固有保磁力(H_{cJ})が $406 \sim 717$ kA/mであることを特徴とする等方性ボンド磁石。

【0021】(12) 前記磁石粉末は、R-TM-B-A1系合金(ただし、Rは少なくとも1種の希土類

6

素、TMは鉄を主とする遷移金属)よりなるものである上記(11)に記載の等方性ボンド磁石。

【0022】(13) 前記磁石粉末は、Cu、Si、Ga、Ti、V、Ta、Zr、Nb、Mo、Hf、Ag、Zn、P、Ge、Crよりなる群から選択される少なくとも1種の元素を含有する上記(11)または(12)に記載の等方性ボンド磁石。

【0023】(14) 前記元素の含有量が3原子%以下である上記(13)に記載の等方性ボンド磁石。

【0024】(15) 前記磁石粉末は、ソフト磁性相とハード磁性相とが相隣接して存在するナノコンポジット組織で構成されたものである上記(11)ないし(14)のいずれかに記載の等方性ボンド磁石。

【0025】(16) 多極着磁に供される、または多極着磁された上記(10)ないし(15)のいずれかに記載の等方性ボンド磁石。

【0026】(17) モータに用いられる上記(10)ないし(16)のいずれかに記載の等方性ボンド磁石。

【0027】

【発明の実施の形態】以下、本発明の磁石粉末およびこれを用いた等方性ボンド磁石の実施の形態について、詳細に説明する。

【0028】[本発明の概要] モータなどの小型化を図るために、磁束密度が高い磁石を得ることが課題となっている。ボンド磁石における磁束密度を決定する要因は、磁石粉末の磁化の値と、ボンド磁石中における磁石粉末の含有量(含有率)とがあるが、磁石粉末自体の磁化がそれほど高くない場合には、ボンド磁石中の磁石粉末の含有量を極端に多くしないと十分な磁束密度が得られない。

【0029】現在普及している前述のMQI社製のMQP-B粉末は、前述したように、用途によっては磁束密度が不十分であり、よって、ボンド磁石の製造に際し、ボンド磁石中の磁石粉末の含有量を高めること、すなわち高密度化を余儀なくされ、耐食性、耐熱性や機械的強度等の面で信頼性に欠けるとともに、保磁力が高いため、着磁性が悪いという欠点を有している。

【0030】これに対し、本発明の磁石粉末および等方性ボンド磁石(等方性希土類ボンド磁石)は、十分な磁束密度と適度な保磁力が得られ、これにより、ボンド磁石中の磁石粉末の含有量(含有率)をそれほど高める必要がなく、その結果、高強度で、成形性、耐食性、着磁性等に優れた信頼性の高いボンド磁石を提供することができ、また、ボンド磁石の小型化、高性能化により、モータ等の磁石搭載機器の小型化にも大きく貢献することができる。

【0031】さらに、本発明の磁石粉末は、ハード磁性相とソフト磁性相とが数10nmレベルで相隣接して存在するナノコンポジット組織を構成するものとするこ

(4)

7

ができる。

【0032】前述のMQI社製のMQP-B粉末は、ハード磁性相の単相組織であるが、このようなナノコンポジット組織では磁化の高いソフト磁性相が存在するため、トータルの磁化が高くなるという利点があり、さらにリコイル透磁率が高くなるため、一旦逆磁場を加えてもその後の減磁率が小さいという利点を有する。

【0033】〔磁石粉末の合金組成〕本発明の磁石粉末は、 $R_x(Fe_{1-y}Co_y)_{100-x-z-w}B_zAl_w$ （ただし、Rは少なくとも1種の希土類元素、 $x: 8.1 \sim 9.4$ 原子%、 $y: 0 \sim 0.30$ 、 $z: 4.6 \sim 6.8$ 原子%、 $w: 0.02 \sim 1.5$ 原子%）で表される合金組成からなる。

【0034】R（希土類元素）としては、Y、La、Ce、Pr、Nd、Pm、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu、ミッシュメタルが挙げられ、これらを1種または2種以上含むことができる。

【0035】Rの含有量（含有率）は、 $8.1 \sim 9.4$ 原子%とされる。Rが 8.1 原子%未満では、十分な保磁力が得られず、Alを添加しても保磁力の向上が小さい。一方、Rが 9.4 原子%を超えると、磁化のポテンシャルが下がるため、十分な磁束密度が得られなくなる。

【0036】ここで、RはNdおよび/またはPrを主とする希土類元素であるのが好ましい。その理由は、これらの希土類元素は、ナノコンポジット組織を構成するハード磁性相の飽和磁化を高め、また磁石として良好な保磁力を実現するために有効だからである。

【0037】また、Rは、Prを含み、その割合がR全体に対し $5 \sim 75\%$ であるのが好ましく、 $10 \sim 60\%$ であるのがより好ましい。この範囲であると、残留磁束密度の低下をほとんど生じることなく、保磁力および角型性を向上させることができるためである。

【0038】また、Rは、Dyを含み、その割合がR全体に対し 14% 以下であるのが好ましい。この範囲であると、残留磁束密度の低下を生じることなく、保磁力を向上させることができると共に、耐熱性の大幅な向上も可能となるからである。

【0039】Coは、Feと同様の特性を有する遷移金属である。このCoを添加すること（Feの一部を置換すること）により、キュリー温度が高くなり、温度特性が向上するが、Feに対するCoの置換比率が 0.30 を超えると、保磁力、磁束密度とともに低下する傾向を示す。Feに対するCoの置換比率が $0.05 \sim 0.20$ の範囲では、温度特性の向上のみならず、磁束密度自体も向上するので、さらに好ましい。また、さらに、FeまたはCoの一部をNiに置換してもよい。

【0040】B（ボロン）は、高い磁気特性を得るのに重要な元素であり、その含有量は、 $4.6 \sim 6.8$ 原子

8

%とされる。Bが 4.6% 未満であると、角型性が悪くなる。一方、Bが 6.8% を超えると、非磁性相が多くなり、磁束密度が急減する。

【0041】Alは、保磁力向上にとって有利な元素であり、 $0.02 \sim 1.5$ 原子%の範囲で保磁力向上の効果が顕著に現れる。そして、この範囲では、保磁力の向上に追従して角型性および磁気エネルギー積も向上する。さらに、耐食性についても良好となる。ただし、上述したように、Rが 8.1 原子%未満では、Al添加によるこのような効果は非常に小さい。また、Alが 1.5 原子%を超えると、磁化の低下が顕著となり、高い磁束密度を得ることは困難となり、保磁力も低下する。

【0042】そして、Alを $0.02 \sim 1.5$ 原子%含むことによるもう一つの重要な効果は、後述する不可逆帯磁率（ x_{irr} ）を小さくすることができ、さらに、不可逆減磁率を改善することができ、磁石の耐熱性（熱的安定性）が向上することである。Alが 0.02 原子%未満では、このような効果が少なく、また、前述した保磁力向上の効果も少ない。

【0043】なお、Al自体は新規な物質ではないが、本発明では、実験、研究を重ねた結果、ナノコンポジット組織を有する磁石粉末において、Alを $0.02 \sim 1.5$ 原子%の範囲で含有せしめることにより、①優れた角型性、最大磁気エネルギー積を確保しつつ保磁力の向上が図れる、②後述する不可逆帯磁率（ x_{irr} ）を小さくすることができる、③不可逆減磁率の改善（絶対値の低減）が図れる、④良好な耐食性を保持できる、という4つの効果が得られること、特にこれらの効果が同時に得られることを見出したものであり、この点に本発明の意義がある。

【0044】このように、本発明では、Alを微量または少量含有せしめることにその特徴を見出したものであり、 1.5 原子%を超える量を添加することは、むしろ逆効果であり、本発明の意図するところではない。

【0045】なお、Al含有量の好ましい範囲は、前述したように $0.02 \sim 1.5$ 原子%であるが、この範囲の上限値は、 1.2 原子%であるのがより好ましく、 0.8 原子%であるのがさらに好ましい。

【0046】また、磁気特性をさらに向上させる等の目的で、磁石粉末を構成する合金中には、必要に応じ、Cu、Si、Ga、Ti、V、Ta、Zr、Nb、Mo、Hf、Ag、Zn、P、Ge、Crよりなる群（以下この群を「Q」で表す）から選択される少なくとも1種の元素を含有することもできる。Qに属する元素を含有する場合、その含有量は、 3 原子%以下であるのが好ましく、 $0.2 \sim 3$ 原子%であるのがより好ましく、 $0.5 \sim 2$ 原子%であるのがさらに好ましい。

【0047】Qに属する元素の含有は、その種類に応じた固有の効果を発揮する。例えば、Cu、Si、Ga、V、Ta、Zr、Cr、Nbは、耐食性を向上させる効

(5)

9

果がある。このうち特に、Siの含有は、耐食性向上効果の他に、前記①、②、③の効果をも奏する。

【0048】[ナノコンポジット組織] ナノコンポジット組織は、ソフト磁性相10とハード磁性相11とが、例えば図1、図2または図3に示すようなパターン(モデル)で存在しており、各相の厚さや粒径がナノメートルレベル(例えば1~100nm)で存在している。そして、ソフト磁性相10とハード磁性相11とが相隣接し、磁気的な交換相互作用を生じる。

【0049】ソフト磁性相の磁化は、外部磁界の作用により容易にその向きを変えるので、通常はハード磁性相に混在すると、系全体の磁化曲線はJ-H図の第二象現で段のある「へび型曲線」となる。しかし、ソフト磁性相のサイズが数10nm以下と十分小さい場合には、ソフト磁性体の磁化が周囲のハード磁性体の磁化との結合によって十分強く拘束され、系全体がハード磁性体として振舞うようになる。

【0050】このようなナノコンポジット組織を持つ磁石は、主に、以下に挙げる特徴1)~5)を有している。

【0051】1) J-H図(縦軸に磁化(J)、横軸に磁界(H)をとった図)の第二象現で、磁化が可逆的にスプリングバックする(この意味で「スプリング磁石」とも言う)。

【0052】2) 着磁性が良く、比較的低い磁場で着磁できる。

【0053】3) 磁気特性の温度依存性がハード磁性相単独の場合に比べて小さい。

【0054】4) 磁気特性の経時変化が小さい。

【0055】5) 微粉碎しても磁気特性が劣化しない。

【0056】前述した合金組成において、ハード磁性相およびソフト磁性相は、例えば次のようなものとなる。

【0057】ハード磁性相: $R_2TM_{14}B$ 系(ただし、TMはFeまたはFeとCo)、または $R_2TM_{14}BA1$ 系(あるいは、 $R_2TM_{14}BQ$ 系、 $R_2TM_{14}BA1Q$ 系)

ソフト磁性相: TM(特に $\alpha-Fe$ 、 $\alpha-(Fe, Co)$)、またはTMとAlとの合金相(あるいは、TMとQとの合金相、TMとAlとQとの合金相)

【磁石粉末の製造】本発明の磁石粉末は、熔融合金を急冷することにより製造されたものであるのが好ましく、特に、合金の溶湯を急冷、固化して得られた急冷薄帯(リボン)を粉碎して製造されたものであるのが好ましい。以下、その方法の一例について説明する。

【0058】図4は、単ロールを用いた急冷法により磁石材料を製造する装置(急冷薄帯製造装置)の構成例を示す斜視図、図5は、図4に示す装置における溶湯の冷却ロールへの衝突部位付近の状態を示す断面側面図である。

【0059】図4に示すように、急冷薄帯製造装置1

10

は、磁石材料を収納し得る筒体2と、該筒体2に対し図中矢印9A方向に回転する冷却ロール5とを備えている。筒体2の下端には、磁石材料(合金)の溶湯を射出するノズル(オリフィス)3が形成されている。

【0060】また、筒体2のノズル3近傍の外周には、加熱用のコイル4が配置され、このコイル4に例えば高周波を印加することにより、筒体2内を加熱(誘導加熱)し、筒体2内の磁石材料を溶融状態にする。

【0061】冷却ロール5は、基部51と、冷却ロール5の周面53を形成する表面層52とで構成されている。

【0062】基部51の構成材料は、表面層52と同じ材質で一体構成されていてもよく、また、表面層52とは異なる材質で構成されていてもよい。

【0063】基部51の構成材料は、特に限定されないが、表面層52の熱をより速く放散できるように、例えば銅または銅系合金のような熱伝導率の高い金属材料で構成されているのが好ましい。

【0064】また、表面層52は、熱伝導率が基部51と同等かまたは基部51より低い材料で構成されているのが好ましい。

【0065】このような急冷薄帯製造装置1は、チャンパー(図示せず)内に設置され、該チャンパー内に、好ましくは不活性ガスやその他の雰囲気ガスが充填された状態で作動する。特に、急冷薄帯8の酸化を防止するために、雰囲気ガスは、例えばアルゴンガス、ヘリウムガス、窒素ガス等の不活性ガスであるのが好ましい。

【0066】急冷薄帯製造装置1では、筒体2内に磁石材料(合金)を入れ、コイル4により加熱して溶融し、その溶湯6をノズル3から吐出すると、図5に示すように、溶湯6は、冷却ロール5の周面53に衝突し、パドル(湯溜り)7を形成した後、回転する冷却ロール5の周面53に引きずられつつ急速に冷却されて凝固し、急冷薄帯8が連続的または断続的に形成される。このようにして形成された急冷薄帯8は、やがて、そのロール面81が周面53から離れ、図4中の矢印9B方向に進行する。なお、図5中、溶湯の凝固界面71を点線で示す。

【0067】冷却ロール5の周速度は、合金溶湯の組成、周面53の溶湯6に対する濡れ性等によりその好適な範囲が異なるが、磁気特性向上のために、通常、1~60m/秒であるのが好ましく、5~40m/秒であるのがより好ましい。冷却ロール5の周速度が遅すぎると、急冷薄帯8の体積流量(単位時間当たり吐出される溶湯の体積)によっては、急冷薄帯8の厚さtが厚くなり、結晶粒径が増大する傾向を示し、逆に冷却ロール5の周速度が遅すぎると、大部分が非晶質組織となり、いずれの場合にも、その後熱処理を加えたとしても磁気特性の向上が望めなくなる。

【0068】なお、得られた急冷薄帯8に対しては、例

(6)

11

えば、非晶質組織の再結晶化の促進、組織の均質化のために、熱処理を施すこともできる。この熱処理の条件としては、例えば、400～900℃で、0.5～300分程度とすることができる。

【0069】また、この熱処理は、酸化を防止するために、真空または減圧状態下（例えば $1 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^{-6}$ Torr）、あるいは窒素ガス、アルゴンガス、ヘリウムガス等の不活性ガス中のような、非酸化性雰囲気中で行うのが好ましい。

【0070】以上のような製造方法により得られた急冷薄帯（薄帯状の磁石材料）8は、微細結晶組織、もしくは微細結晶がアモルファス組織中に含まれるような組織となり、優れた磁気特性が得られる。そして、この急冷薄帯8を粉砕することにより、本発明の磁石粉末が得られる。

【0071】粉砕の方法は、特に限定されず、例えばボールミル、振動ミル、ジェットミル、ピンミル等の各種粉砕装置、破砕装置を用いて行うことができる。この場合、粉砕は、酸化を防止するために、真空または減圧状態下（例えば $1 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^{-6}$ Torr）、あるいは窒素ガス、アルゴンガス、ヘリウムガス等の不活性ガス中のような、非酸化性雰囲気中で行うこともできる。

【0072】磁石粉末の平均粒径は、特に限定されないが、後述する等方性ボンド磁石を製造するためのものの場合、磁石粉末の酸化防止と、粉砕による磁気特性劣化の防止とを考慮して、0.5～150 μm 程度が好ましく、1～65 μm 程度がより好ましく、5～55 μm 程度がさらに好ましい。

【0073】また、ボンド磁石の成形時のより良好な成形性を得るために、磁石粉末の粒径分布は、ある程度分散されている（バラツキがある）のが好ましい。これにより、得られたボンド磁石の空孔率を低減することができ、その結果、ボンド磁石中の磁石粉末の含有量を同じとしたときに、ボンド磁石の密度や機械的強度をより高めることができ、磁気特性をさらに向上することができる。

【0074】なお、得られた磁石粉末に対しては、例えば、粉砕により導入されたひずみの影響の除去、結晶粒径の制御を目的として、熱処理を施すこともできる。この熱処理の条件としては、例えば、350～850℃で、0.5～300分程度とすることができる。

【0075】また、この熱処理は、酸化を防止するために、真空または減圧状態下（例えば $1 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^{-6}$ Torr）、あるいは窒素ガス、アルゴンガス、ヘリウムガス等の不活性ガス中のような、非酸化性雰囲気中で行うのが好ましい。

【0076】以上のような磁石粉末を用いてボンド磁石を製造した場合、そのような磁石粉末は、結合樹脂との結合性（結合樹脂の濡れ性）が良く、そのため、このボンド磁石は、機械的強度が高く、熱安定性（耐熱性）、

12

耐食性が優れたものとなる。従って、当該磁石粉末は、ボンド磁石の製造に適している。

【0077】なお、以上では、急冷法として、単ロール法を例に説明したが、双ロール法を採用してもよい。また、その他、例えばガスアトマイズのようなアトマイズ法、回転ディスク法、メカニカル・アロイング（MA）法等により製造してもよい。このような急冷法は、金属組織（結晶粒）を微細化することができるので、ボンド磁石の磁石特性、特に保磁力等を向上させるのに有効である。

【0078】[ボンド磁石およびその製造] 次に、本発明の等方性希土類ボンド磁石（以下単に「ボンド磁石」とも言う）について説明する。

【0079】本発明のボンド磁石は、前述の磁石粉末を結合樹脂で結合してなるものである。

【0080】結合樹脂（バインダー）としては、熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂のいずれでもよい。

【0081】熱可塑性樹脂としては、例えば、ポリアミド（例：ナイロン6、ナイロン46、ナイロン66、ナイロン610、ナイロン612、ナイロン11、ナイロン12、ナイロン6-12、ナイロン6-66、ナイロン6T、ナイロン9T）、熱可塑性ポリイミド、芳香族ポリエステル等の液晶ポリマー、ポリフェニレンオキシド、ポリフェニレンサルファイド、ポリエチレン、ポリプロピレン、エチレン-酢酸ビニル共重合体等のポリオレフィン、変性ポリオレフィン、ポリカーボネート、ポリメチルメタクリレート、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート等のポリエステル、ポリエーテル、ポリエーテルエーテルケトン、ポリエーテルイミド、ポリアセタール等、またはこれらを主とする共重合体、ブレンド体、ポリマーアロイ等が挙げられ、これらのうちの1種または2種以上を混合して用いることができる。

【0082】これらのうちでも、成形性が特に優れており、機械的強度が高いことから、ポリアミド、耐熱性向上の点から、液晶ポリマー、ポリフェニレンサルファイドを主とするものが好ましい。また、これらの熱可塑性樹脂は、磁石粉末との混練性にも優れている。

【0083】このような熱可塑性樹脂は、その種類、共重合化等により、例えば成形性を重視したものや、耐熱性、機械的強度を重視したものというように、広範囲の選択が可能となるという利点がある。

【0084】一方、熱硬化性樹脂としては、例えば、ビスフェノール型、ノボラック型、ナフタレン系等の各種エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ユリア樹脂、メラミン樹脂、ポリエステル（不飽和ポリエステル）樹脂、ポリイミド樹脂、シリコーン樹脂、ポリウレタン樹脂等が挙げられ、これらのうちの1種または2種以上を混合して用いることができる。

【0085】これらのうちでも、成形性が特に優れてお

(7)

13

り、機械的強度が高く、耐熱性に優れるという点から、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ポリイミド樹脂、シリコン樹脂が好ましく、エポキシ樹脂が特に好ましい。また、これらの熱硬化性樹脂は、磁石粉末との混練性、混練の均一性にも優れている。

【0086】なお、使用される熱硬化性樹脂（未硬化）は、室温で液状のものでも、固形（粉末状）のものでもよい。

【0087】このような本発明のボンド磁石は、例えば次のようにして製造される。磁石粉末と、結合樹脂と、必要に応じ添加剤（酸化防止剤、潤滑剤等）を含むボンド磁石用組成物（コンパウンド）を製造し、このボンド磁石用組成物を用いて、圧縮成形（プレス成形）、押出成形、射出成形等の成形方法により、無磁場中で所望の磁石形状に成形する。結合樹脂が熱硬化性樹脂の場合には、成形後、加熱等によりそれを硬化する。

【0088】ここで、前記3種の成形方法のうち、押出成形および射出成形（特に、射出成形）は、形状選択の自由度が広く、生産性が高い等の利点があるが、これらの成形方法では、良好な成形性を得るために、成形機内におけるコンパウンドの十分な流動性を確保しなければならないため、圧縮成形に比べて、磁石粉末の含有量を多くすること、すなわちボンド磁石を高密度化することができない。しかしながら、本発明では、後述するように、高い磁束密度が得られ、そのため、ボンド磁石を高密度化しなくても優れた磁気特性が得られるので、押出成形、射出成形により製造されるボンド磁石にもその利点を享受することができる。

【0089】ボンド磁石中の磁石粉末の含有量（含有率）は、特に限定されず、通常は、成形方法や、成形性と高磁気特性との両立を考慮して決定される。具体的には、75～99wt%程度であるのが好ましく、85～97.5wt%程度であるのがより好ましい。

【0090】特に、ボンド磁石が圧縮成形により製造されたもの場合には、磁石粉末の含有量は、90～99wt%程度であるのが好ましく、93～98.5wt%程度であるのがより好ましい。

【0091】また、ボンド磁石が押出成形または射出成形により製造されたもの場合には、磁石粉末の含有量は、75～98wt%程度であるのが好ましく、85～97wt%程度であるのがより好ましい。

【0092】ボンド磁石の密度 ρ は、それに含まれる磁石粉末の比重、磁石粉末の含有量、空孔率等の要因により決定される。本発明のボンド磁石において、その密度 ρ は特に限定されないが、5.3～6.6Mg/m³程度であるのが好ましく、5.5～6.4Mg/m³程度であるのがより好ましい。

【0093】本発明では、磁石粉末の磁束密度が高く、また保磁力もある程度大きいので、ボンド磁石に成形した場合に、磁石粉末の含有量が多い場合はもちろんのこ

14

と、含有量が比較的少ない場合でも、優れた磁気特性（特に、高磁気エネルギー積）が得られる。

【0094】本発明のボンド磁石の形状、寸法等は特に限定されず、例えば、形状に関しては、例えば、円柱状、角柱状、円筒状（リング状）、円弧状、平板状、湾曲板状等のあらゆる形状のものが可能であり、その大きさも、大型のものから超小型のものまであらゆる大きさのものが可能である。特に、小型化、超小型化された磁石に有利であることは、本明細書中で度々述べている通りである。

【0095】以上のような本発明のボンド磁石は、室温での磁気特性を表すJ-H図（縦軸に磁化（J）、横軸に磁界（H）をとった図）での減磁曲線において、J-H図中の原点を通り、かつ傾き（J/H）が -3.8×10^{-6} ヘリ/mである直線との交点を出発点として測定した場合の不可逆帯磁率（ x_{irr} ）が 5.0×10^{-7} ヘリ/m以下であり、さらに、室温での固有保磁力（ H_{cJ} ）が406～717kA/mであるという磁気特性（磁気性能）を有している。以下、不可逆帯磁率（ x_{irr} ）および固有保磁力（ H_{cJ} ）について順次説明する。

【0096】[不可逆帯磁率について] 不可逆帯磁率（ x_{irr} ）とは、図6に示すように、J-H図での減磁曲線において、ある点Pにおける当該減磁曲線の接線の傾きを微分帯磁率（ x_{dif} ）とし、前記点Pから一旦減磁界の大きさを減らしてリコイル曲線を描かせたときの当該リコイル曲線の傾き（リコイル曲線の両端を結ぶ直線の傾き）を可逆帯磁率（ x_{rev} ）としたとき、次式で表されるもの（単位：ヘリ/m）を言う。

【0097】不可逆帯磁率（ x_{irr} ）＝微分帯磁率（ x_{dif} ）－可逆帯磁率（ x_{rev} ）なお、本発明では、J-H図での減磁曲線において、J-H図中の原点を通りかつ傾き（J/H）が -3.8×10^{-6} ヘリ/mである直線yとの交点を前記点Pとした。

【0098】本発明において、室温での不可逆帯磁率（ x_{irr} ）の上限値を 5.0×10^{-7} ヘリ/mと定めた理由は、次の通りである。

【0099】前述したように、不可逆帯磁率（ x_{irr} ）は、一旦減磁界をかけた後、その絶対値を減少させても戻らない磁化の磁界に対する変化率を示すものであるため、この不可逆帯磁率（ x_{irr} ）をある程度小さい値に抑えることにより、ボンド磁石の熱的安定性の向上、特に不可逆減磁率の絶対値の低減が図れる。実際に、本発明における不可逆帯磁率（ x_{irr} ）の範囲では、ボンド磁石を例えば100℃×1時間の環境下に放置後、室温まで戻したときの不可逆減磁率はその絶対値が約5%以下となり、実用上（特にモータ等の使用において）十分な耐熱性すなわち熱的安定性が得られる。

【0100】これに対し、不可逆帯磁率（ x_{irr} ）が 5.0×10^{-7} ヘリ/mを超えると、不可逆減磁率の絶

15

対値が増大し、十分な熱的安定性が得られない。また、固有保磁力が低くなるとともに角型性が悪くなるので、ボンド磁石の実際の使用において、パーミアンス係数 (P_c) が大きくなる (例えば $P_c \geq 5$) ような用途での使用に制限されてしまう。また、保磁力の低下は、熱的安定性の低下をもたらすことにもなる。

【0101】室温での不可逆帯磁率 (χ_{irr}) を 5.0×10^{-7} ヘリ- / m 以下と定めた理由は以上のとおりであるが、不可逆帯磁率 (χ_{irr}) はできるだけ小さい値が好ましく、従って、本発明では、不可逆帯磁率

(χ_{irr}) が 4.5×10^{-7} ヘリ- / m 以下であるのがより好ましく、 4.0×10^{-7} ヘリ- / m 以下であるのがさらに好ましい。

【0102】[固有保磁力について] ボンド磁石の室温での固有保磁力 (H_{cJ}) は、 $406 \sim 717$ kA / m である。特に、 $435 \sim 677$ kA / m がより好ましい。

【0103】固有保磁力 (H_{cJ}) が前記上限値を超えると、着磁性が劣り、前記下限値未満であると、モータの用途によっては逆磁場がかかったときの減磁が顕著になり、また、高温における耐熱性が劣る。従って、固有保磁力 (H_{cJ}) を上記範囲とすることにより、ボンド磁石 (特に、円筒状磁石) に多極着磁等をするような場合に、十分な着磁磁場が得られないときでも、良好な着磁が可能となり、十分な磁束密度が得られ、高性能なボンド磁石、特にモータ用ボンド磁石を提供することができる。

【0104】本発明のボンド磁石の最大磁気エネルギー積 (BH)_{max} は、特に限定されないが、 $87 \sim 125$ kJ / m³ 程度が好ましく、 $100 \sim 125$ kJ / m³ 程度がより好ましい。

【0105】

【実施例】(実施例1) 以下に述べるような方法で合金組成が Nd_{8.7}Fe_{77.2-w}Co_{8.5}B_{5.6}Al_w の磁石粉末 (Al 含有量 w を種々変化させた複数種の磁石粉末) を得た。

【0106】まず、Nd, Fe, Co, B, Al の各原料を秤量して母合金インゴットを铸造し、このインゴットから約 15 g のサンプルを切り出した。

【0107】図4および図5に示す構成の急冷薄帯製造装置を用意し、底部にノズル (円孔オリフィス) を設けた石英管内に前記サンプルを入れた。急冷薄帯製造装置1が収納されているチャンバー内を脱気した後、不活性ガス (アルゴンガスおよびヘリウムガス) を導入し、所望の温度および圧力の雰囲気とした。

【0108】その後、石英管内のインゴットサンプルを高周波誘導加熱により溶解し、さらに、冷却ロールの周速度および噴射圧 (石英管の内圧と雰囲気圧との差圧) をそれぞれに 20 m / 秒、40 kPa に調整して、溶湯を冷却ロールの周面に向けて噴射し、急冷薄帯 (平均厚さ: 約 30 μ m、平均幅: 約 1.6 mm) を得た。

(8)

16

【0109】この急冷薄帯を粗粉碎した後、アルゴンガス雰囲気中で $680^\circ\text{C} \times 300$ 秒間の熱処理を施して、Al 含有量 w が異なる複数種の磁石粉末を得た。

【0110】得られた各磁石粉末について、その相構成を分析するため、Cu-K α を用い回折角 $20^\circ \sim 60^\circ$ にて X 線回折を行った。回折パターンからハード磁性相である Nd₂(Fe·Co)₁₄B₁ 相と、ソフト磁性相である α -(Fe, Co) 相の回折ピークが確認でき、透過型電子顕微鏡 (TEM) による観察結果から、ナノコンポジット組織を形成していることが確認された。

【0111】次に、粒度調整のために、各磁石粉末をさらに粉碎機 (ライカイ機) を用いてアルゴンガス中で粉碎し、平均粒径 60 μ m の磁石粉末とした。

【0112】この磁石粉末と、エポキシ樹脂 (結合樹脂) と、少量のヒドラジン系酸化防止剤とを混合し、混練してボンド磁石用組成物 (コンパウンド) を作製した。

【0113】次いで、このコンパウンドを粉碎して粒状とし、この粒状物を秤量してプレス装置の金型内に充填し、圧力 7 t / cm² で圧縮成形 (無磁場中) して、成形体を得た。

【0114】離型後、 150°C の加熱によりエポキシ樹脂を硬化させて (キュア処理)、直径 10 mm ϕ \times 高さ 7 mm の円柱状の等方性ボンド磁石を得た。各ボンド磁石中の磁石粉末の含有量は、約 97 wt % であった。また、各ボンド磁石の密度は、約 6.21 Mg / m³ であった。

【0115】<磁気特性、不可逆帯磁率の評価> 各ボンド磁石について、磁場強度 3.2 MA / m でパルス着磁を施した後、直流自記磁束計にて最大印加磁場 2.0 MA / m で磁気特性 (残留磁束密度 B_r 、固有保磁力 H_{cJ} 、最大磁気エネルギー積 (BH)_{max}) を測定した。測定時の温度は、 23°C (室温) であった。

【0116】図7に示すように、得られた J-H 図の減磁曲線において、原点を通り傾き (J/H) が -3.8×10^{-6} ヘリ- / m の直線との交点 P を出発点とし、ここから磁界を一旦 0 まで変化させてから再び元に戻してリコイル曲線を描き、このリコイル曲線の傾き (リコイル曲線の両端を結ぶ直線の傾き) を可逆帯磁率 (χ_{rev}) として求めた。また、前記交点 P における減磁曲線の接線の傾きを微分帯磁率 (χ_{dif}) として求めた。室温での不可逆帯磁率 (χ_{irr}) は、 $\chi_{irr} = \chi_{dif} - \chi_{rev}$ として求めた。これらの結果を下記表1に示す。

【0117】<耐熱性の評価> 次に、前記各ボンド磁石 (直径 10 mm ϕ \times 高さ 7 mm の円柱状) の耐熱性 (熱的安定性) を調べた。この耐熱性は、ボンド磁石を $100^\circ\text{C} \times 1$ 時間の環境下に保持した後、室温まで戻した際の不可逆減磁率 (初期減磁率) を測定し、評価した。その結果を下記表1に示す。不可逆減磁率 (初期減磁率) の絶対値が小さいほど、耐熱性 (熱的安定性) に優れ

(9)

17

る。

【0118】＜着磁性の評価＞次に、ボンド磁石の着磁性を評価するために、前記各ボンド磁石（直径10mmφ×高さ7mmの円柱状）について、着磁磁界（着磁磁場）を種々変更したときの着磁率を調べた。着磁率は、着磁磁界を4.8MA/mとしたときの残留磁束密度の*

18

* 値を100%とし、これに対する比率で示した。着磁率が90%となるときの着磁磁界の大きさを下記表1に示す。この値が小さいほど、着磁性に優れる。

【0119】

【表1】

Alの 含有量w	Br (T)	HcJ (kA/m)	(BH) ^{max} (kJ/m ³)	χ_{irr} ($\times 10^{-7}$ ヘリ/m)	不可逆減磁率 (%)	着磁率90% での着磁磁界 (MA/m)
0 (比較例)	0.84	334	74.2	5.9	-6.4	-
0.05	0.91	494	112.3	4.3	-4.5	0.71
0.2	0.89	501	109.6	4.0	-4.1	0.74
0.7	0.88	512	104.5	3.4	-3.5	0.75
1.3	0.85	414	94.7	4.6	-4.8	0.65
2.0 (比較例)	0.79	315	71.1	6.3	-6.7	0.63

【0120】＜総合評価＞表1からわかるように、磁石粉末中のAl含有量wが0.02～1.5原子%でかつ不可逆帯磁率(χ_{irr})が 5.0×10^{-7} ヘリ/m以下の等方性ボンド磁石は、いずれも優れた磁気特性（残留磁束密度、固有保磁力、最大磁気エネルギー積）を有し、不可逆減磁率の絶対値も小さいことから耐熱性（熱的安定性）が高く、さらに、着磁性も良好である。

【0121】以上のようなことから、本発明によれば、高性能で信頼性（特に、耐熱性）の高いボンド磁石を提供することができる。特に、ボンド磁石をモータとして使用した場合に、高い性能が発揮される。

【0122】（実施例2）実施例1と同様の方法により、合金組成が(Nd_{1-y}Pr_y)_{8.8}Fe₈₁C_{0.75}B_{5.8}Al_{0.7}の急冷薄帯（Pr置換量yを種々変化させた複数種の急冷薄帯）を製造し、アルゴンガス雰囲気中で、680℃×10分間の熱処理を行った。前記と同様の分析方法から、この急冷薄帯の組織は、ナノコンポジット組織を形成していることが確認された。

【0123】次に、実施例1と同様にして、前記急冷薄帯から磁石粉末を得、この磁石粉末から外径20mmφ、内径18mmφ×高さ7mmの円筒状（リング状）の等方性ボンド磁石を製造した。各ボンド磁石中の磁石粉末の含有量は、約96.8wt%であった。また、各

ボンド磁石の密度は、約6.18Mg/m³であった。

【0124】これらについて、実施例1と同様の方法で、磁気特性（残留磁束密度Br、固有保磁力HcJ、最大磁気エネルギー積(BH)^{max}）および不可逆帯磁率(χ_{irr})を測定、評価した。その結果を下記表2に示す。

【0125】また、これらのボンド磁石をそれぞれ12極に多極着磁し、これをロータ磁石として用いてDCブラシレスモータを組み立てた。このDCブラシレスモータにおいて、ロータを4000rpmで回転させたときの巻線コイルに発生した逆起電圧を測定したところ、いずれのものも十分に高い電圧が得られ、高性能のモータであることが確認された。

【0126】次に、前述したPr置換量yの異なる複数種の磁石粉末を用い、ボンド磁石のサイズをそれぞれ直径10mmφ×高さ7mmの円柱状とした以外は実施例1と同様にしてボンド磁石を製造した。

【0127】これらについて、実施例1と同様の方法で、耐熱性（熱的安定性）および着磁性を測定、評価した。その結果を下記表2に示す。

【0128】

【表2】

(10)

19

20

Prの 置換量y	Br (T)	Hc _J (kA/m)	(BH) _{max} (kJ/m ³)	χ_{irr} ($\times 10^{-1}$ ヘリ-/m)	不可逆減磁率 (%)	着磁率90% での着磁磁界 (MA/m)
0	0.88	520	110.0	3.5	-3.6	0.75
0.1	0.88	526	112.6	3.4	-3.5	0.76
0.2	0.89	540	114.9	3.2	-3.3	0.78
0.4	0.89	559	118.5	3.5	-3.6	0.82
0.6	0.86	570	105.2	4.0	-4.1	0.84
0.8	0.83	550	96.1	4.7	-4.8	0.79

【0129】表2からわかるように、各等方性ボンド磁石は、いずれも優れた磁気特性（残留磁束密度、固有保磁力、最大磁気エネルギー積）を有し、また、不可逆減磁率の絶対値が小さいことから耐熱性（熱的安定性）が高く、着磁性も良好である。特に、Ndの一部を所定量（R全体に対し75%以下）Prに置換したことにより、優れた耐熱性および着磁性を維持しつつ、固有保磁力と最大磁気エネルギー積（角型性）の向上が図れることがわかる。

【0130】以上のようなことから、本発明によれば、高性能で信頼性（特に、耐熱性）の高いボンド磁石を提供することができる。特に、ボンド磁石をモータとして使用した場合に、高い性能が発揮される。

【0131】（実施例3）実施例1と同様の方法により、合金組成が（Nd_{0.5}Pr_{0.5}）_zDy_{1-z}）_{9.0}Fe_{bal}C_{0.7}B_{5.6}Al_{0.5}の急冷薄帯（Dy置換量（1-z）を種々変化させた複数種の急冷薄帯）を製造し、アルゴンガス雰囲気中で、680℃×12分間の熱処理を行った。前記と同様の分析方法から、この急冷薄帯の組織は、ナノコンジット組織を形成していることが確認された。

【0132】次に、実施例1と同様にして、前記急冷薄帯から磁石粉末を得、この磁石粉末から外径20mmφ、内径18mmφ×高さ7mmの円筒状（リング状）

の等方性ボンド磁石を製造した。各ボンド磁石中の磁石粉末の含有量は、約96.8wt%であった。また、各ボンド磁石の密度は、約6.20Mg/m³であった。

【0133】これらについて、実施例1と同様の方法で、磁気特性（残留磁束密度Br、固有保磁力Hc_J、最大磁気エネルギー積（BH）_{max}）および不可逆帯磁率（ χ_{irr} ）を測定、評価した。その結果を下記表3に示す。

【0134】また、これらのボンド磁石をそれぞれ12極に多極着磁し、これをロータ磁石として用いてDCブラシレスモータを組み立てた。このDCブラシレスモータにおいて、ロータを4000rpmで回転させたときの巻線コイルに発生した逆起電圧を測定したところ、いずれのものも十分に高い電圧が得られ、高性能のモータであることが確認された。

【0135】次に、前述したDy置換量1-zの異なる複数種の磁石粉末を用い、ボンド磁石のサイズをそれぞれ直径10mmφ×高さ7mmの円柱状とした以外は実施例1と同様にしてボンド磁石を製造した。

【0136】これらについて、実施例1と同様の方法で、耐熱性（熱的安定性）および着磁性を測定、評価した。その結果を下記表3に示す。

【0137】

【表3】

Dyの 置換量 1-z	Br (T)	Hc _J (kA/m)	(BH) _{max} (kJ/m ³)	χ_{irr} ($\times 10^{-1}$ ヘリ-/m)	不可逆減磁率 (%)	着磁率90% での着磁磁界 (MA/m)
0.01	0.88	548	109.1	3.6	-3.6	0.76
0.04	0.87	575	108.2	3.5	-3.4	0.78
0.06	0.86	592	106.6	3.4	-3.3	0.81
0.08	0.85	611	105.6	3.1	-3.0	0.83
0.10	0.83	623	102.8	3.2	-3.1	0.86
0.15	0.78	608	93.2	4.5	-4.5	0.93

(11)

21

【0138】表3からわかるように、各等方性ボンド磁石は、いずれも優れた磁気特性（残留磁束密度、固有保磁力、最大磁気エネルギー積）を有し、また、不可逆減磁率の絶対値が小さいことから耐熱性（熱的安定性）が高く、着磁性も良好である。特に、Dyを所定量（R全体に対し14%以下）添加したことにより、優れた耐熱性および着磁性を維持しつつ、固有保磁力と最大磁気エネルギー積（角型性）の向上が図れることがわかる。

【0139】以上のようなことから、本発明によれば、高性能で信頼性（特に、耐熱性）の高いボンド磁石を提供することができる。特に、ボンド磁石をモータとして使用した場合に、高い性能が発揮される。

【0140】（実施例4）実施例1と同様の方法により、合金組成がNd_{5.3}Pr_{2.8}Dy_{0.6}Fe_{76.8-v}Co_{8.5}B_{5.6}Al_{0.4}Si_vの急冷薄帯（Si含有量vを種々変化させた複数種の急冷薄帯）を製造し、アルゴンガス雰囲気中で、670℃×8分間の熱処理を行った。前記と同様の分析方法から、この急冷薄帯の組織は、ナノコンジット組織を形成していることが確認された。

【0141】次に、実施例1と同様にして、前記急冷薄帯から磁石粉末を得、この磁石粉末から外径20mmφ、内径18mmφ×高さ7mmの円筒状（リング状）の等方性ボンド磁石を製造した。各ボンド磁石中の磁石粉末の含有量は、約96.9wt%であった。また、各ボンド磁石の密度は、約6.19Mg/m³であった。

【0142】これらについて、実施例1と同様の方法で、磁気特性（残留磁束密度Br、固有保磁力HcJ、最大磁気エネルギー積（BH）max）および不可逆減磁率（χ_{irr}）を測定、評価した。その結果を下記表4に示す。

【0143】また、これらのボンド磁石をそれぞれ12極に多極着磁し、これをロータ磁石として用いてDCブラシレスモータを組み立てた。このDCブラシレスモータにおいて、ロータを4000rpmで回転させたとき＊

22

＊の巻線コイルに発生した逆起電圧を測定したところ、いずれのものも十分に高い電圧が得られ、高性能のモータであることが確認された。

【0144】次に、前述したSi含有量vの異なる複数種の磁石粉末を用い、ボンド磁石のサイズをそれぞれ直径10mmφ×高さ7mmの円柱状とした以外は実施例1と同様にしてボンド磁石を製造した。

【0145】これらについて、実施例1と同様の方法で、耐熱性（熱的安定性）および着磁性を測定、評価するとともに、以下の方法で磁石粉末の耐食性およびボンド磁石の耐食性を測定、評価した。その結果を下記表4に示す。

【0146】＜磁石粉末の耐食性＞磁石粉末の耐食性は、発露試験により評価した。この発露試験は、磁石粉末を30℃×50%RH×15分の環境下と、80℃×95%RH×15分の環境下に交互におき、これを24回繰り返した後、磁石粉末の表面を顕微鏡観察して、錆の発生状況を次の4段階で評価した。

【0147】

A：錆の発生全く無し

B：錆の発生わずかに有り

C：錆の発生有り

D：錆の発生顕著

＜ボンド磁石の耐食性＞ボンド磁石（各10個）を60℃×95%RHの恒温恒湿槽に入れ、表面に発錆するまでの平均時間を調べた。発錆するまでの時間の長さにより、次の4段階で評価した。

【0148】

A：500時間経過後も発錆無し

B：400時間以上、500時間未満で発錆

C：300時間以上、400時間未満で発錆

D：300時間未満で発錆

【0149】

【表4】

Siの含有量v	Br (T)	HcJ (kA/m)	(BH) max (kJ/m ³)	χ _{irr} (×10 ⁻² A/m)	不可逆減磁率 (%)	着磁率90%での着磁磁界 (MA/m)	磁石粉末の耐食性	ボンド磁石の耐食性
0	0.85	575	106.2	3.5	-3.7	0.79	B	B
0.1	0.86	581	110.3	3.4	-3.5	0.81	B	A
0.3	0.88	597	119.5	3.3	-3.3	0.84	A	A
0.8	0.86	609	115.2	3.0	-3.1	0.90	A	A
2.0	0.84	623	107.8	2.5	-2.8	0.92	A	A
3.0	0.81	635	100.4	2.3	-2.5	0.95	A	A

【0150】＜総合評価＞表4からわかるように、各等方性ボンド磁石は、いずれも優れた磁気特性（残留磁束密度、固有保磁力、最大磁気エネルギー積）および耐熱

性（熱的安定性）を有し、着磁性も良好である。

【0151】特に、磁石粉末中にSiを所定量（0.1～3原子%）含有するものは、Siを含有しないものに

(12)

23

比べ、磁石粉末自体の耐食性およびボンド磁石の耐食性が向上している。そのため、実際の使用に際し、ボンド磁石の表面に防食用コーティングを施す等の防食処理を省略または緩和することができる。

【0152】以上のようなことから、本発明によれば、高性能で信頼性（特に、耐熱性、耐食性）の高いボンド磁石を提供することができる。特に、ボンド磁石をモータとして使用した場合に、高い性能が発揮される。

【0153】（実施例5）ボンド磁石を押出成形により製造した以外は、上記実施例1～4と同様にして本発明の等方性ボンド磁石を製造した。なお、結合樹脂には、ポリアミド（ナイロン610）を用いた。また、各ボンド磁石中の磁石粉末の含有量は、約95.5wt%、各ボンド磁石の密度は、約5.85Mg/m³であった。

【0154】各ボンド磁石に対し、前記と同様測定、評価（実施例4での耐食性評価も含む）を行ったところ、前記と同様の結果が得られた。特に、ボンド磁石の耐食性については、さらに良好な結果が得られた。

【0155】（実施例6）ボンド磁石を射出成形により製造した以外は、上記実施例1～4と同様にして本発明の等方性ボンド磁石を製造した。なお、結合樹脂には、ポリフェニレンサルファイドを用いた。また、各ボンド磁石中の磁石粉末の含有量は、約94.1wt%、各ボンド磁石の密度は、約5.63Mg/m³であった。

【0156】各ボンド磁石に対し、前記と同様の測定、評価（実施例4での耐食性評価も含む）を行ったところ、前記と同様の結果が得られた。特に、ボンド磁石の耐食性については、さらに良好な結果が得られた。

【0157】

【発明の効果】以上述べたように、本発明によれば、次のような効果が得られる。

【0158】・磁石粉末がナノコンポジット組織を有しかつAlを所定量含有するため、磁化が高く、優れた磁気特性を発揮し、特に固有保磁力と角型性が改善される。

【0159】・不可逆減磁率の絶対値が小さく、優れた耐熱性（熱的安定性）が得られる。

【0160】・高い磁束密度が得られるので、等方性であっても、高磁気特性を持つボンド磁石が得られる。特に、従来の等方性ボンド磁石に比べ、より小さい体積のボンド磁石で同等以上の磁気性能を発揮することができるので、より小型で高性能のモータを得ることが可能となる。

【0161】・また、高い磁束密度が得られることから、ボンド磁石の製造に際し、高密度化を追求しなくても十分に高い磁気特性を得ることができ、その結果、成形性の向上と共に、寸法精度、機械的強度、耐食性、耐熱性（熱的安定性）等のさらなる向上が図れ、信頼性の

24

高いボンド磁石を容易に製造することが可能となる。特に、Siを含有する場合には、より優れた耐食性が得られる。

【0162】・着磁性が良好なので、より低い着磁磁場で着磁することができ、特に多極着磁等を容易かつ確実に行うことができ、かつ高い磁束密度を得ることができる。

【0163】・高密度化を要求されないことから、圧縮成形法に比べて高密度の成形がしにくい押出成形法や射出成形法によるボンド磁石の製造にも適し、このような成形方法で成形されたボンド磁石でも、前述したような効果が得られる。よって、ボンド磁石の成形方法の選択の幅、さらには、それによる形状選択の自由度が広がる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の磁石粉末におけるナノコンポジット組織（マクロ組織）の一例を模式的に示す図である。

【図2】本発明の磁石粉末におけるナノコンポジット組織（マクロ組織）の一例を模式的に示す図である。

【図3】本発明の磁石粉末におけるナノコンポジット組織（マクロ組織）の一例を模式的に示す図である。

【図4】磁石材料を製造する装置（急冷薄帯製造装置）の構成例を示す斜視図である。

【図5】図4に示す装置における溶湯の冷却ロールへの衝突部位付近の状態を示す断面側面図である。

【図6】不可逆帯磁率を説明するための図（J-H図）である。

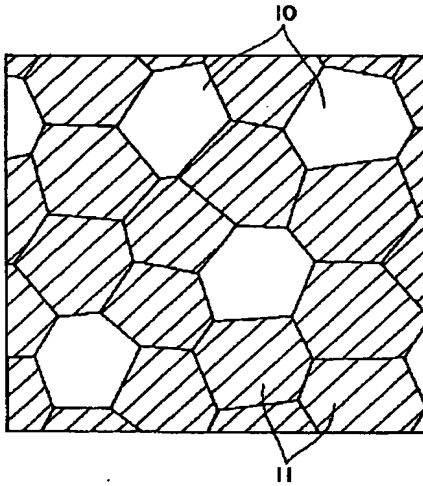
【図7】減磁曲線およびリコイル曲線を示すJ-H図である。

【符号の説明】

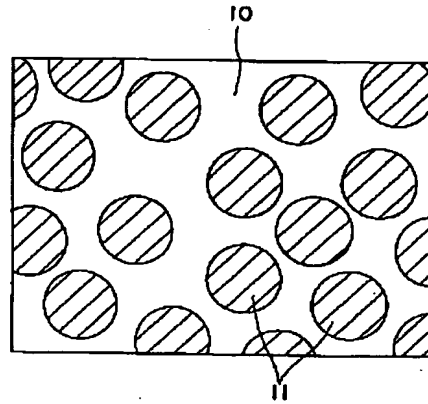
1	急冷薄帯製造装置
2	筒体
3	ノズル
4	コイル
5	冷却ロール
51	基部
52	表面層
53	周面
6	溶湯
7	パドル
71	凝固界面
8	急冷薄帯
81	ロール面
9A	矢印
9B	矢印
10	ソフト磁性相
11	ハード磁性相

(13)

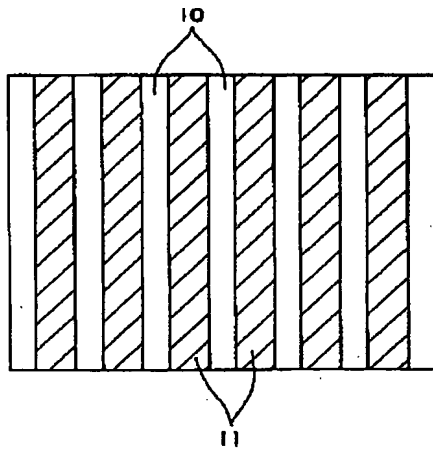
【図1】



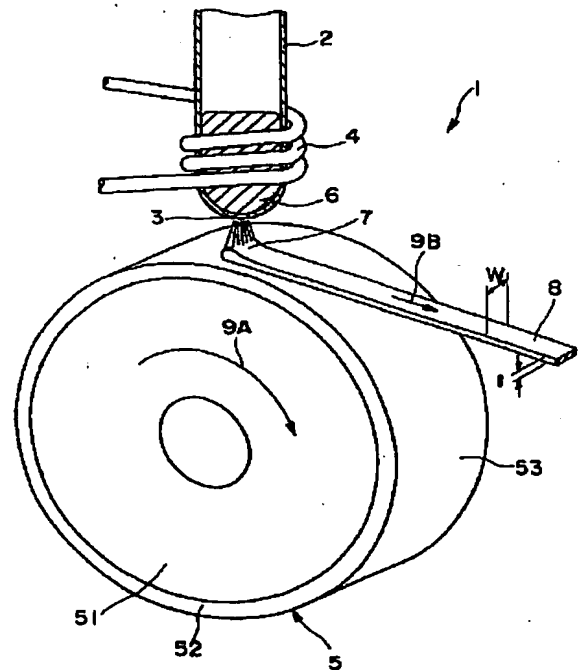
【図2】



【図3】

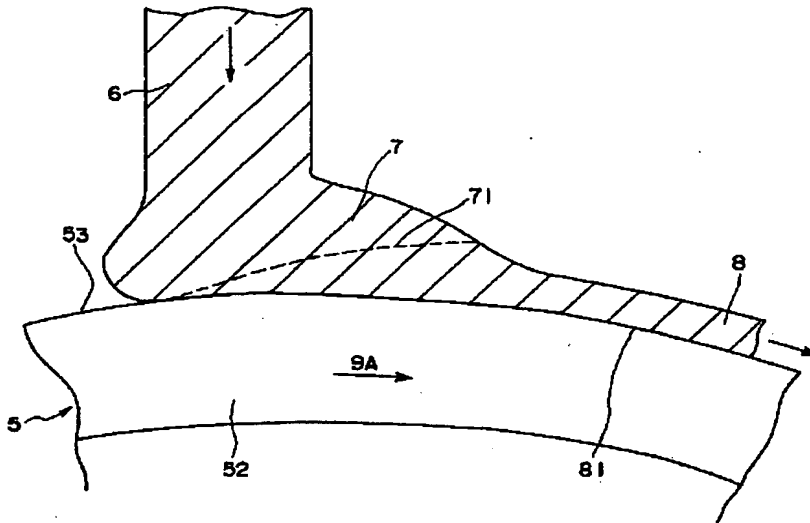


【図4】

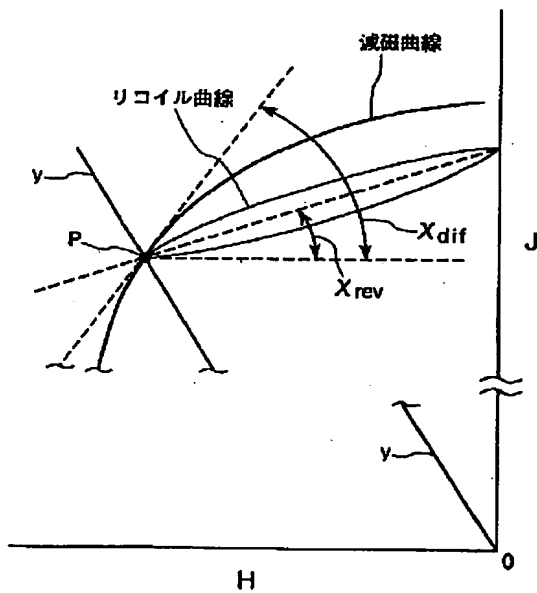


(14)

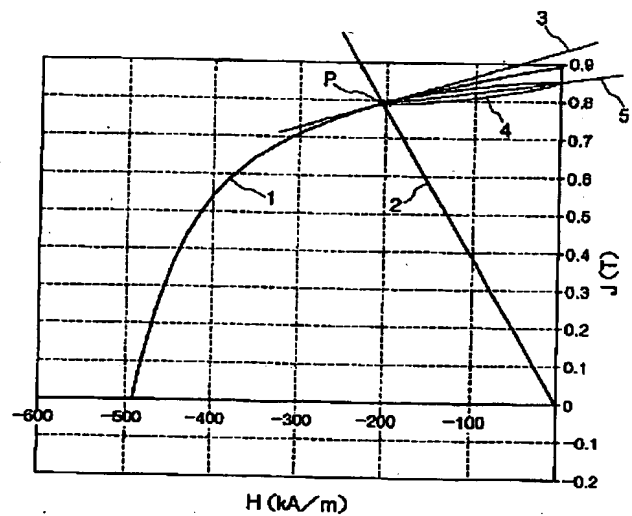
【図5】



【図6】



【図7】



- No.1: 減磁曲線
- No.2: (J/H) の傾きが -3.8×10^{-6} ヘンリー/mの直線
- No.3: 交点Pにおける接線
- No.4: リコイル曲線
- No.5: リコイル曲線の傾きを表す直線

フロントページの続き

(58) 調査した分野 (Int. Cl. 7, DB名)

H01F 1/032 - 1/08

B22F 1/00, 9/08

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.